



MÉMOIRE PRÉSENTÉ À L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI EN VUE
DE L'OBTENTION DU GRADE DE MAÎTRISE EN INGÉNIERIE

**EFFET DES ÉLÉMENTS DE TRANSITION SUR LES
COMPORTEMENTS DE PRÉCIPITATION DES DISPERSOÏDES /
PRÉCIPITÉS ET LES PROPRIÉTÉS À HAUTE TEMPÉRATURE
DES ALLIAGES COULÉS AL-SI ET AL-CU**

The effect of transition elements on the precipitation behaviours of dispersoids /
precipitates and high-temperature properties of Al-Si and Al-Cu cast alloys

**PAR
DONG LI**

QUÉBEC, CANADA

Septembre 2020

RÉSUMÉ

Pour répondre aux exigences croissantes des alliages d'aluminium dans les pièces de moteur et pour explorer le potentiel des alliages d'aluminium coulé de nouvelle génération dans les applications de moteur, leurs propriétés à haute température et leur stabilité thermique sont très préoccupantes. Dans les travaux actuels, les éléments de transition (V, Zr, Mo, Sc) ont été introduits dans des alliages de type Al-Si 356 et de type Al-Cu 224 pour découvrir leur influence sur l'évolution des dispersoïdes et des précipités puis sur la haute température propriétés pendant le maintien thermique à long terme. Les résultats peuvent être divisés en deux parties suivantes.

Dans la première partie, des ajouts individuels / combinés d'éléments de transition (V, Zr et Mo) ont été introduits dans des alliages coulés de type Al-Si 356 (Al-7Si-0,6Cu-0,35Mg) à deux vitesses de refroidissement pour étudier leur influence sur le comportement de précipitation des dispersoïdes et propriétés mécaniques à haute température. Les ajouts individuels et combinés de V, Zr, Mo ont contribué à la formation de plus d'intermétalliques et de dispersoïdes. On trouve que le microalliage de Zr a une bonne capacité d'affinage des grains de 356 alliages. V a un effet d'affinage du grain inférieur à celui de Zr. Cependant, l'ajout de Mo est visiblement nocif pour l'effet d'affinage du grain. L'addition de V produit la précipitation à la fois des dispersoïdes $(Al,Si)_3M$ et des α -dispersoïdes, tandis que l'addition de Zr favorise les dispersoïdes de type $(Al,Si)_3M$. L'addition de Mo favorise efficacement les dispersoïdes $\alpha-Al(Mn,Mo,Fe)Si$ et réduit considérablement la taille des dispersoïdes et augmente la densité numérique des dispersoïdes, conduisant au meilleur effet de renforcement parmi 3 éléments. L'addition combinée de V, Zr et Mo produit le plus grand nombre de dispersoïdes fins parmi les cinq alliages étudiés, mais la plupart des dispersoïdes sont de $(Al,Si)_3M$ -type. La séquence de l'effet de renforcement sur le rendement à haute température / la résistance ultime est

$(V+Zr+Mo) > Mo > Zr > V$. Une vitesse de refroidissement élevée peut généralement affiner les grains, les intermétalliques, les dispersoïdes et augmenter la densité globale du nombre de dispersoïdes.

Dans la deuxième partie des travaux, l'évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques de l'alliage moulé de type Al-Cu 224 type (Al-4,8Cu-0,33Mn-0,13Mg-0,09Si) avec microalliage individuel / combiné d'éléments de transition (Zr, V et Sc) ont été étudiés. Les résultats ont montré que Zr et V peuvent être bien dissous dans la matrice d'aluminium, tandis que le Sc conduit à former des particules de W-AlScCu à peine dissoutes pendant le traitement en solution. A l'état T7, le renforcement de Zr et V ne sont pas évidents, car ils conduisent au retard du processus de précipitation avec une fraction θ'' plus élevée que l'alliage de base. Cependant, après stabilisation à 300 °C pendant 100 h, les précipités ont grossi et transférés en θ' , et l'alliage contenant du Zr a une résistance beaucoup plus élevée en raison de sa résistance super grossissante des phases θ' ainsi que de la précipitation de $L1_2 Al_3(Zr,Ti)$ dispersoïdes. L'alliage avec Zr et V combinés possède la résistance la plus élevée parmi tous les alliages, et sa limite d'élasticité à haute température après stabilisation à 300 °C peut atteindre 125 MPa par rapport à 85 MPa de l'alliage de base 224. L'alliage avec Sc et Zr combinés présente des propriétés préférables après stabilisation et une meilleure résistance au fluage grâce à la combinaison d'une bonne résistance au grossissement θ' et des dispersoïdes $L1_2 Al_3(Sc,Zr,Ti)$.

ABSTRACT

To satisfy the increasing requirements of aluminum alloys in engine parts, and to explore the potential of next generation's cast aluminum alloys in the engine applications, their high-temperature properties and thermal stability are of great concern. In present work, the transition elements (V, Zr, Mo, Sc) have been introduced into Al-Si 356 type alloys and Al-Cu 224 type alloys to discover their influence on the evolution of dispersoids and precipitates and then the high-temperature properties during the long-term thermal holding. The results can be divided into the two following parts.

In the first part, individual/combined additions of transition elements (V, Zr and Mo) were introduced into Al-Si 356 type (Al-7Si-0.6Cu-0.35Mg) cast alloys at two cooling rates to study their influence on the precipitation behaviour of dispersoids and high temperature mechanical properties. Both individual and combined additions of V, Zr, Mo contributed the formation of more intermetallics and dispersoids. The microalloying of Zr is found to have a good grain refining capability of 356 alloys. V has lower grain refining effect compared to Zr. However, Mo addition is conspicuously harmful to the grain refining effect. The addition of V produces the precipitation of both $(Al,Si)_3M$ dispersoids and α -dispersoids, while the Zr addition promotes $(Al,Si)_3M$ type dispersoids. The addition of Mo effectively promotes α -Al(Mn,Mo,Fe)Si dispersoids and significantly reduces the dispersoid size and increase the number density of dispersoids leading to the best strengthening effect among 3 elements. The combined addition of V, Zr and Mo produces the largest number of fine dispersoids among all five alloys studied, but the most of the dispersoids are $(Al,Si)_3M$ -type. The sequence of strengthening effect on the high-temperature yield/ultimate strength is $(V+Zr+Mo) > Mo > Zr > V$. High cooling rate can generally refine the grains, intermetallics, dispersoids and increase the overall dispersoid number density.

In the second part of the work, the evolution of microstructure and mechanical properties of Al-Cu 224 type (Al-4.8Cu-0.33Mn-0.13Mg-0.09Si) cast alloy with individual/combined microalloying of transition elements (Zr, V and Sc) were investigated. The results showed

that Zr and V can be well dissolved in the aluminum matrix, while the Sc leads to form some hardly-dissolved W-AlScCu particles during solution treatment. At T7 state, the strengthening of Zr and V are not obvious, because they lead to the delay of precipitation process with higher θ'' fraction than the base alloy. However, after stabilization at 300 °C for 100 h, the precipitates coarsened and transferred to θ' , and the Zr-containing alloy have much higher strength due to its super coarsening resistance of θ' phases as well as the precipitation of $L1_2$ $Al_3(Zr,Ti)$ dispersoids. The alloy with combined Zr and V possesses the highest strength among all of the alloys, and its high-temperature yield strength after stabilization at 300 °C can reach as high as 125 MPa relative to 85 MPa of the 224 base alloy. The alloy with combined Sc and Zr has preferable properties after stabilization and best creep resistance due to the combination of good θ' coarsening resistance and $L1_2$ $Al_3(Sc,Zr,Ti)$ dispersoids.

TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉ	i
ABSTRACT	iii
TABLE DES MATIÈRES	v
LISTE DES TABLEAUX	vii
LISTE DES FIGURES	ix
REMERCIEMENT	xiv
CHAPITRE 1 INTRODUCTION	1
1.1 Contexte	1
1.2 Objectifs	4
1.3 Méthodologie	4
Références	5
CHAPITRE 2 REVUE DE LA LITTÉRATURE	7
2.1 Un aperçu des alliages d'aluminium	7
2.2 Développement d'alliages coulés Al-Si et Al-Cu.....	9
2.2.1 Développement d'alliages coulés Al-Si et leurs précipitations	9
2.2.2 Développement d'alliages coulés Al-Cu et leurs précipitations	18
2.2.3 Potentiel de l'alliage coulé Al-Cu dans les applications automobiles	32
2.3 L'effet des éléments de transition dans les alliages d'aluminium	37
2.3.1 Mn.....	37
2.3.2 Ti (Al–5Ti–B).....	40
2.3.4 V	46
2.3.5 Zr et Sc.....	48
2.3.6 Mo	51
2.4 Nucléation et cinétique grossière des précipités	53
2.5 Renforcement des modèles de renforcement des demandes	56
Références	62
CHAPITRE 3 PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES.....	72
3.1 Préparation de l'alliage et traitement thermique.....	72
3.1.1 356 alliages.....	72
3.1.2 224 alliages.....	74
3.2 Caractérisation des matériaux	75
3.2.1 Métallographie.....	75
3.2.2 Analyse de la microstructure	75

3.2.3 Propriétés mécaniques	76
Références	78
CHAPITRE 4 EFFET DES ÉLÉMENTS DE TRANSITION, DU TAUX DE REFROIDISSEMENT	
ET DES TRAITEMENTS THERMIQUES SUR LES DISPERSOÏDES ET LES PROPRIÉTÉS À	
HAUTE TEMPÉRATURE DE 356 ALLIAGES.....	
4.1 Microstructures telles que coulées et mises en solution.....	79
4.2 Évolution des dispersoïdes lors des traitements thermiques avec différents contenus en	
éléments de transition	85
4.3 Propriétés mécaniques	96
4.4 Analyse des contributions des différents mécanismes de renforcement sur les propriétés	
finales de l'alliage 356	100
4.5 Sommaire	106
Références	108
CHAPITRE 5 EFFET DES ÉLÉMENTS DE TRANSITION ET DES TRAITEMENTS	
THERMIQUES SUR LES PROPRIÉTÉS À HAUTE TEMPÉRATURE DE 224 ALLIAGES.....	
5.1 Microstructures telles que coulées et mises en solution.....	110
5.2 Propriétés mécaniques dans différentes conditions.....	114
5.2.1 Essais de compression à l'état T7	114
5.2.2 Compression tests in T7A state	115
5.2.3 Essais de fluage à l'état T7A.....	117
5.3 Observation TEM des évolutions des précipitations dans divers alliages	118
5.3.1 État T7.....	119
5.3.2 État T7A	122
5.3.3 Après le test de fluage	124
5.3.4 Quantification des précipités dans divers alliages et conditions	126
5.4 Discussion.....	128
5.4.1 Renforcement dans les états T7 / T7A et stabilité thermique	128
5.4.2 Effets des éléments de transition sur les précipitations et les comportements grossiers	
.....	131
5.5 Sommaire	134
Références	136
CHAPITRE 6 CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS POUR LES TRAVAUX FUTURS ...	
6.1 Conclusions	139
6.2 Recommandation pour les travaux futurs.....	140

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 Principaux éléments d'alliage dans le système de désignation des alliages d'aluminium.....	8
Tableau 2.2 Principaux éléments d'alliage dans le système de désignation des alliages d'aluminium [2]	8
Tableau 2.3 Composition chimique (% en poids) d'alliages d'Al de type 356, 319 et 390 avec les propriétés mécaniques à température ambiante [4].	10
Tableau 2.4 Les précipités existant dans le système Al-Mg-Si [13]	14
Tableau 2.5 Vue d'ensemble des phases de précipitation dans le système Al – Mg – Si – Cu [20].	16
Tableau 2.6 Composition chimique et propriétés mécaniques de certains alliages Al-Cu aérospatiaux [38].	20
Tableau 2.7 Comparaison de la limite d'élasticité à 300 °C de divers alliages d'aluminium coulé [71].	33
Tableau 2.8 Données requises pour calculer le facteur de restriction de croissance, Q, et le paramètre de surfusion, P, pour les alliages d'aluminium binaires. La magnitude relative de Q et P des différents solutés peut être comparée en utilisant les données dans les colonnes $m(k-1)$ et $m(k-1)/k$ respectivement [103].	45
Tableau 2.9 Données de diffusion calculées pour les solutés de métaux de transition dans α -Al.	56
Tableau 3.1 Composition chimique des alliages expérimentaux 356 (wt.%)	72
Tableau 3.2 Composition chimique des alliages expérimentaux 224 (wt.%)	74
Tableau 4.1 Phases intermétalliques dans la microstructure brute de coulée de différents alliages	81
Tableau 4.2 Quelques informations sur la structure cristalline liées aux phases intermétalliques (Al,Si) ₂ M	81
Tableau 4.3 Fractions de surface des DZ dans les alliages en solution	88
Tableau 4.4 Dispersoïdes confirmés par TEM dans différents alliages.....	94
Tableau 4.5 Résultat du test de traction 300°C de l'alliage # 4-Y	98
Tableau 4.6 Diamètres moyens des grains calculés et contributions de renforcement respectives	103
Tableau 4.7 Résultats des contributions de renforcement des dispersoïdes à 300°C et à température ambiante dans divers alliages	105
Tableau 5.1 Granulométrie moyenne mesurée des différents alliages.....	111
Tableau 5.2 Quantification des θ'' , θ' et dispersoïdes L1 ₂ dans les alliages à l'état T7	127

Tableau 5.3 Quantification des θ' et dispersoïdes $L1_2$ dans les alliages à l'état T7A.....	127
Tableau 5.4 Contribution calculée de la cohérence et du renforcement interfacial de θ'' dans les alliages T7	129
Tableau 5.5 Informations relatives à la diffusion et à la ségrégation des éléments de transition en Al.....	133
Tableau 5.6 Discordances treillis de différentes interfaces dans les alliages Al-Cu (-Tm).....	133

LISTE DES FIGURES

Figure 2.1 Photographies d'une zone typique d'initiation de fissure dans la culasse [4].....	11
Figure 2.2 Micrographies électroniques à transmission (zones GP) des spécimens vieillis à 70 °C pendant 333h. (a) Une image HRTEM. (b) et (c) Photographies agrandies de régions marquées par les cercles A et B dans (a), respectivement. (d) Diagramme de diffraction de zone sélectionné tiré de (a). (e) Illustration schématique du SADP [11].	13
Figure 2.3 Micrographies TEM de précipités β'' / β' pendant le vieillissement artificiel: (a) 4 h à 175 °C. (b) 20 h à 200 °C [10]. (c) Simulé SADP [001]Al de phases β'' . (d) SADP expérimental de phases β'' [12].....	13
Figure 2.4 Fréquences relatives de quatre types de phases métastables dans un alliage Al-1.0mass% Mg2Si-0.4mass% Si changeant avec le temps de vieillissement [11].....	15
Figure 2.5 TEM d'un alliage à base d'Al-Cu-Mg-Si, expériences de chauffage in situ: (a) 30 °C, image de superstructure d'un précipité QC / C mixte; (b) 250 °C pendant 1 h suivi d'un refroidissement à 30 °C, les parties QC en vrac sont dissoutes, la partie QC entre les deux parties Q est transformée en phase Q, certaines des parties QP désordonnées environnantes sont également transformées en phase Q [24].	17
Figure 2.6 (a~c) Une image TEM montrant un précipité Q 'avec une section allongée le long de $\langle 510 \rangle$ Al avec un précipité mixte allongé le long des deux $\langle 100 \rangle$ Al dans Al0.86Mg0.13Cu0.43Si [21]. (d) Images de fond clair dans $\langle 100 \rangle$ axe de la zone Al à partir d'un alliage de 260 °C 3h Al0.52Mg0.3Cu0.75Si vieilli [20].	18
Figure 2.7 (a): Chronologie mettant en évidence l'introduction d'alliages d'aluminium dans les avions; (b): Illustration du développement continu de la résistance-ténacité dans les alliages d'aluminium (modifié d'après modified based on [31]).	19
Figure 2.8 Schéma illustrant les matériaux choisis utilisés dans l'Airbus A-380 [32].	21
Figure 2.9 Coin riche en Al du diagramme de phase Al – Cu montrant les limites du solvus métastable pour les zones GP, θ'' et θ' , ainsi que la ligne de solvus d'équilibre pour la phase θ [39].	22
Figure 2.10 Diagrammes schématiques de la structure des zones GP monocouche, des zones GP multicouches et des précipitations θ'' , respectivement [39].	24
Figure 2.11 (a) L'image HAADF à faible grossissement le long de $\langle 100 \rangle_{\alpha\text{-Al}}$; (b) Image HAADF des gros précipités; (c) l'image agrandie montrant les petits précipités; (d) Image HAADF des petits précipités; (e) les modèles SAED de la matrice θ'' et $\alpha\text{-Al}$ [40]. (f) Schémas indexés du diagramme de diffraction électronique observé de θ' [45].	24
Figure 2.12 (a) Image HAADF d'un précipité θ'' endurant la transformation. Les sections n1–n4 se sont transformées en θ' . (b and c) Images HAADF agrandies (filtrées), diagramme schématique de l'extension des sections n2 et n3 est superposé sur (c), les cercles orange représentent les atomes de cuivre dans la section n2 et bleus la section n3, les atomes d'Al sont omis [40].	25

Figure 2.13 Diagramme de phase Al–Cu–Mg montrant les limites de phase à 190 °C. Le trait plein épais définit la limite de phase $\alpha / \alpha + S$ à 500 °C [39].	27
Figure 2.14 Images TEM et les profils SAED correspondants enregistrés près de $\langle 100 \rangle$ Al d'alliages Al – 4Mg – 1Cu – 0,5Si (% en poids) vieillies: (a) 200 ° C pendant 1 h, (b) 200 ° C pendant 16h (dureté maximale) [51].	27
Figure 2.15 Interprétation du diagramme de diffraction avec la direction du faisceau matriciel [001]. Les croix représentent des réflexions primaires tandis que les cercles pleins sont des taches de double diffraction. Les variantes contribuant aux réflexions A, B, C et D sont répertoriées dans le tableau [52].	28
Figure 2.16 Courbes de durcissement à 150 °C pour (a) AA 2618 et AA 2024 et (b) Al-1.1Cu-1.7Mg (at.%) et Al-1.1Cu-1.7Mg-0.1Ag (at.%) [57].	29
Figure 2.17 Comparaison des précipités (a) de type I et (b) de type II [59]. (c) Illustration schématique de 12 variantes équivalentes de type I dans la matrice Al.	30
Figure 2.18 (a) Un diagramme de diffraction montrant les diverses intensités de taches et de stries des phases Ω et θ' dans un alliage A201-T7 avec un axe de zone $\langle 011 \rangle_a$; (b) Image TEM à champ clair [69].	31
Figure 2.19 Profils de ségrégation de soluté prédits par des simulations de champ de phase par rapport aux profils de ségrégation empiriques observés avec APT [74].	34
Figure 2.20 Énergies de ségrégation DFT de 34 solutés à chaque plaquette (Al_{i-2} , Al_{i-1} et Al_i) aux interfaces cohérentes et semi-cohérentes entre la matrice Al et θ' . Seules les énergies de ségrégation les plus faibles à des plaquettes données sont indiquées [78].	35
Figure 2.21 Premiers principes calculés des énergies de liaison au soluté du plus proche voisin en fonction du volume d'impureté du soluté unique [79].	36
Figure 2.22 Microstructures des 3 différents types de phases intermétalliques du fer: (a) phase chinoise α -Al (Fe, Mn) Si en script et (b) phase β -Al ₅ FeSi en forme de plaque dans un alliage d'aluminium de type 319. [83] (c) Script chinois π -Al ₈ Mg ₃ FeSi ₆ en phase dans un alliage d'aluminium de type 356 [85].	38
Figure 2.23 (a) Diagrammes de diffraction de rétrodiffusion d'électrons de la phase Si du script chinois α -Al(Fe,Mn)Si. Notez les «bandes doubles» asymétriques dans (b) [83].	39
Figure 2.24 (a) Micrographie à fond clair TEM d'une particule en «phase u» et de dispersoïdes après chauffage continu à 400°C (alliage C). (b) Un modèle de précipitation des dispersoïdes [91].	40
Figure 2.25 La structure de LI ₂ -type, D0 ₂₂ -type et D0 ₂₃ -type [98].	42
Figure 2.26 Dessins schématiques des différentes morphologies présentées par les cristaux d'Al ₃ Ti: (a) cristaux en forme de flocons, (b) cristaux en forme de pétales et (c) cristaux en blocs; (d) procédé de solidification dans des échantillons d'aluminium à grains affinés avec du titane. Les états 1 à 7 représentent les stades progressifs trouvés pendant le refroidissement [93].	43
Figure 2.27 Diagramme de phases Al-Ti montrant une réaction péritectique d'aluminium liquide et d'Al ₃ Ti pour former α -Al [102].	44

Figure 2.28 Distribution de dispersoïdes contenant du V dans un alliage 7150 + 0,19 V: (a) distribution normale dans la cellule de dendrite et (b) distributions en forme de bande et non uniformes à certains endroits [112].	47
Figure 2.29 Schéma montrant l'interaction de Al_3Sc et des précipités θ' dans un alliage Al-Cu-Sc traité par RRA: (a) Microstructure. (b) Ségrégation Sc à l'interface $\alpha\text{-Al} / \theta'$. (c) θ' précipite nucléé sur les particules d' Al_3Sc [126].	49
Figure 2.30 Image HAADF et analyse des précipités d' $\text{Al}_3\text{Zr}_x\text{Sc}_{1-x}$. (a) L'image HAADF d'une particule montre le contraste plus élevé de la région de la coquille entre les flèches, en raison de l'augmentation de la concentration des atomes de Zr plus lourds. (b) Le balayage linéaire EDS de la particule [131].	50
Figure 2.31 Distribution des dispersoïdes après 600 min de traitement en solution à 540°C dans les régions interdendritiques des alliages, montrant (a) un DFZ en A356 + 0,5Cu + 0,3Mo et (b) les présences des dispersoïdes dans une région interdendritique de A356 + 0,5Cu + 0,3Mo + 0,15Mn. (c) Balayage de ligne élémentaire EDS à travers une cellule de dendrite montrant les gradients de concentration de Mo et Mn (microségrégation) dans l'alliage A356 + 0,5Cu + 0,3Mo + 0,15Mn tel que coulé [143].	52
Figure 2.32 Représentation schématique de la variation de l'énergie libre de Gibbs avec le rayon du précipité pendant le processus de nucléation (un exemple de particules en forme de bâtonnet) [145].	53
Figure 2.33 Luxations passant un précipité par a) cisaillement et b) bouclage (mécanisme Orowan). c) illustration des différentes contributions de la résistance à la limite d'élasticité totale [152].	57
Figure 2.34 Représentation schématique de la force d'équilibre entre un précipité et une dislocation [145].	58
Figure 3.1 Dimension des moules de coulée du (a) bloc «Y» (80 mm × 40 mm × 30 mm); (b) Plaque en «S» (100 mm × 80 mm × 4,5 mm).	73
Figure 3.2 Procédures de traitement thermique de 356 alliages	73
Figure 3.3 Représentation graphique des procédures de traitement thermique de 224 alliages	75
Figure 3.4 Dimensions des éprouvettes de traction (G=25,0±0,1 mm, W=6,0±0,1 mm, T=4,0 mm, R=6 mm, L=100 mm, A=32 mm, B=30 mm, C=10 mm).	76
Figure 3.5 Dimensions des éprouvettes de compression et de fluage (H=15,0±0,1 mm, D=10,0±0,1 mm).	77
Figure. 4.1 Microstructures telles que coulées sous un microscope optique de (a) #0-S, (b) #1-S, (c) #2-S, (d) #3-S, (e) #4-Y, (f) #4-S alliages. (g) Une image MEB d'électrons secondaires d'alliage # 0-Y tel que coulé comprenant des phases à bas point de fusion Al_2Cu , Mg_2Si et $\text{Q-Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$. (h), (i) et (j) sont des résultats EDS des phases Al_2Cu , Mg_2Si et $\text{Q-Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$, respectivement.	80

Figure 4.2 Image d'électrons secondaires SEM de l'échantillon #4-Y après traitement en solution à 520 °C pendant 4 h (a) avec résultats d'analyse EDS des intermétalliques: (b) $(Al, Si)_2(V, Mo, Ti, Mn)$; (c) $(Al, Si)_3(Ti, V, Zr)$; (d) $\alpha-Al(Mn, Mo, V, Fe)Si$	83
Figure 4.3 Fraction volumique des phases intermétalliques restées après un traitement en solution de 520°C/4h dans divers alliages	84
Figure 4.4 Microdureté Vickers (a, b) et conductivité électrique (c, d) en fonction du temps de maintien lors du traitement en solution à 520 °C dans différents alliages.....	85
Figure 4.5 Zone de dispersion (DZ) et zone libre de dispersoïde (DFZ) formées pendant le traitement en solution (520°C/4h) (gravées avec 0,5% de HF pendant 90 s): (a) #0-S; (b) #1-S; (c) #2-S; (d) #3-S; (e) #4-Y; (f) #4-S.	87
Figure 4.6 Images SEM de dispersoïdes dans des échantillons Y pendant le traitement en solution pendant 2 heures (a, c, e, g, i correspondant aux alliages # 0, # 1, # 2, # 3, # 4) et 12 heures (b, d, f, h, j correspondant aux alliages # 0, # 1, # 2, # 3, # 4).	90
Figure 4.7 Images SEM de dispersoïdes dans des échantillons S pendant le traitement en solution pendant 2 heures (a, c, e, g, i correspondant aux alliages # 0, # 1, # 2, # 3, # 4) et 12 heures (b, d, f, h, j correspondant aux alliages # 0, # 1, # 2, # 3, # 4).	91
Figure 4.8 Images TEM révélant les dispersoïdes dans toutes les conditions d'alliage avec des échantillons Y et des échantillons S (a-j); Résultats TEM-EDS des dispersoïdes typiques $(Al, Si)_3(Ti, V, Zr)$ et $\alpha-Al(Mn, Mo, V, Fe)Si$ dispersoïdes (k-l).	93
Figure 4.9 Diamètres équivalents moyens de dispersoïde et densité numérique dans différents alliages et moules.....	94
Figure. 4.10 (a) Image STEM de l'alliage T7 #0-Y après stabilisation à 300°C/100h. (b) Image de cartographie EDS mixte des éléments Cu (bleu), Mg (vert) et Si (rouge). (c) Résultats de cartographie EDS individuels de Cu, Mg, Si et Mn.	97
Figure 4.11 (a) Courbes d'essai de traction d'échantillons Y à 300°C, (b) mesures des propriétés YS, UTS et EL.	98
Figure 4.12 Courbes de traction de l'alliage # 0 à différentes vitesses de refroidissement.....	99
Figure 4.13 Micrographies électroniques secondaires de la surface de fracture par traction à 300°C d'alliages #4-Y (a)(b) et #4-S ainsi que micrographies électroniques rétrodiffusées de grands intermétalliques en alliages #4-Y (c) et #4-S (g).	100
Figure 4.14 Résultats de la cartographie EBSD des alliages (avec grid 250×200, step size 3µm) (a) #0-Y, (b) #1-Y, (c) #2-Y, (d) #3-Y, (e) #4-Y, (f) #4-S.....	102
Figure 4.15 Limite élastique estimée et expérimentale des alliages de moules en forme de Y à 300°C.....	106
Figure 5.1 (a~e) De coulée structures de grains de l'alliage O ~ D après anodisé avec 3,0% d'acide fluoroborique dans l'eau, (20/25 V dc, 2 min) sous la teinte de lumière et sensible à la polarisation.	111
Figure 5.2 Rétrodiffusée SEM images de phases intermétalliques typiques de (a) de coulée en alliage de C, (b) solution traitée en alliage C et (c) des composés intermétalliques mixtes en	

alliage C. (d) de coulée en alliage D, (e) traité en solution Alliage D et (f) intermétalliques mixtes dans l'alliage D.....	112
Figure 5.3 (a) Résultats des essais de microdureté (HV) des alliages aux états de coulée et SHT, (b) Résultats de conductivité électrique (CE) des alliages à divers états.....	113
Figure 5.4 (a) Courbes déformation-contrainte réelle à la compression, (b) limites d'élasticité moyennes des alliages T7 à température ambiante.....	115
Figure 5.5 (a) Courbes déformation-contrainte réelle en compression, (b) limites d'élasticité moyennes des alliages T7 à 300°C.....	115
Figure 5.6 (a) Courbes de compression vraie déformation-contrainte, (b) limites d'élasticité moyennes des alliages T7A à température ambiante.....	116
Figure 5.7 (a) Courbes de compression vraie déformation-contrainte, (b) limites d'élasticité moyennes des alliages T7A à 300 °C.....	116
Figure 5.8 (a) Courbes de fluage en compression à 50MPa/300°C, (b) mesure la vitesse de déformation en fluage.....	117
Figure 5.9 (a~e) Images TEM en champ clair de l'alliage T7 O, A, B, C et D, avec les SADP respectifs.....	119
Figure 5.10 (a~c) Image TEM en champ noir du super-réseau $\{001\}_{Al}$ de l'alliage C et D. (d) Comportements de précipitation continue et discontinue des dispersoïdes ordonnés $L1_2$ dans l'alliage D.....	120
Figure 5.11 Images TEM en champ noir provenant d'alliages T7 montrant des dispersoïdes $L1_2$ avec des espaces PFZ plus grands que θ''/θ' dans (a) Alliage A et (b) Alliage D.	121
Figure 5.12 (a~e) Images TEM en champ clair de l'alliage T7A O, A, B, C et D, avec les SADP respectifs.....	122
Figure 5.13 (a~c) Image TEM en champ noir à partir de $\{001\}_{Al}$ réflexions de l'alliage T7A C et D.....	123
Figure 5.14 (a) Image TEM en champ clair de l'alliage O après fluage. (b) Image TEM en champ clair de l'alliage B après fluage. (c) Image en champ sombre à faisceau faible ($g / 3g$) montrant des dislocations dans l'alliage B. (d) Image en champ clair de l'alliage A après fluage. (d) Image de fond noir centré de l'alliage A montrant les structures ordonnées $L1_2$	125
Figure 5.15 Images TEM montrant des dispersoïdes dans l'alliage A après recuit à (a) 400 °C pendant 16 heures et (b) 450 °C pendant 16 heures.	133

REMERCIEMENT

Tout d'abord, je tiens à remercier chaleureusement mon conseiller, le professeur X.-Grant Chen, de m'avoir donné l'opportunité, le soutien et les précieux conseils académiques pour poursuivre ma maîtrise à l'Université du Québec à Chicoutimi. En particulier, je voudrais remercier sa patience pour m'apprendre à garder une manière logique et scientifique de penser et d'écrire. Je voudrais remercier mon co-directeur, le professeur Kun Liu pour ses conseils et toutes les aides et conseils qu'il a fournis tout au long de mon étude de maîtrise. Je suis également reconnaissant au Dr Jovid Rakhmonov pour ses conseils productifs pendant l'expérience et la rédaction de l'article. Je tiens à remercier le professeur Zhan Zhang de m'avoir enseigné les techniques importantes SEM et TEM. Je remercie chaleureusement M. Dany Racine, M. Samuel Dessureault et M. Félix Tremblay pour leur aide dans la formation en laboratoire, la coulée d'alliages ainsi que l'usinage d'échantillons. De plus, je voudrais remercier mes anciens et actuels membres du groupe qui ont été très utiles dans les discussions académiques et les travaux expérimentaux. Ce projet ne pourrait être mené à terme sans leur aide. Enfin, j'aimerais exprimer ma sincère gratitude à mes parents et amis pour leur soutien et leurs encouragements désintéressés.

Ce projet a été réalisé avec le soutien financier du Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie du Canada (CRSNG) et de Rio Tinto Alcan dans le cadre de la Chaire de recherche industrielle CRSNG en métallurgie de la transformation de l'aluminium de l'Université du Québec à Chicoutimi (UQAC). Je tiens à remercier les deux organisations pour leur soutien pendant mon étude.

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

1.1 Contexte

Avec le développement des nouvelles techniques de conception des moteurs, les matériaux ayant des propriétés de température élevée et des stabilités thermiques plus élevées sont nécessaires pour soutenir et guider l'évolution des moteurs automobiles. Habituellement, les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium appliqués dans les moteurs automobiles diminuent considérablement à température élevée, en raison de la maturation d'Ostwald des précipités de renforcement conventionnels, tels que le β' - Mg_2Si dans l'alliage Al-Si et le θ' - Al_2Cu dans l'Al-Cu alliage [1, 2]. Par conséquent, comment améliorer les propriétés à température élevée des alliages d'aluminium moulés est d'une importance primordiale pour leur développement durable. De nombreuses recherches ont été menées en ajoutant les éléments de transition tels que Ti, Ni, Nb, Zn, V, Hf, Er, Mn, Mo, Cr, Sc et Zr, etc. dans différents alliages pour garantir les propriétés suffisantes à des niveaux élevés. températures par formation de dispersoïdes thermostables [1, 3, 4].

Par exemple, le Zr est bien connu pour produire les précipités métastables et cohérents L_{12} Al_3Zr et améliorer considérablement les propriétés des alliages Al-Zr [5]. Cependant, Si est susceptible de substituer les atomes d'Al des phases Al-Zr dans des alliages contenant du Si tels que 6xxx et 3xx qui accélèrent la transformation à l'équilibre des dispersoïdes Al_3Zr . En conséquence, dans les alliages 3xx, le précipité L_{12} Al_3Zr a rarement été identifié, au lieu de cela, les dispersoïdes à grand équilibre D_{023} -(Al,Si) $_3\text{Zr}$ sont généralement rapportés dans les alliages Zr ajoutés 3xx sous traitement traditionnel en solution [6, 7]. L'ajout de V dans les alliages 7xxx peut conduire à la formation de dispersoïdes Al_{11}V qui augmentent la résistance et retardent évidemment le processus de recristallisation [8]. Dans les alliages 3xx, le V conduit à la formation de dispersoïdes Al-Fe-V-Si et a un effet de renforcement intermédiaire [9, 10]. Dans les alliages 6xxx, V s'est accumulé dans les

dispersoïdes AlFeSi , Al_3Fe et $\text{Al}_6(\text{Mn,Fe})$ [11]. D'une part, on rapporte que l'ajout de Ti ou V accélère la transformation de la structure métastable des phases Al_3Zr en structure d'équilibre dans les alliages Al-Zr, et inhibe la nucléation homogène des précipités d' $\text{Al}_3(\text{Zr,Ti,V})$ près des bords de la dendrite en alliages Al-Cu-Zr [12]. Mais d'un autre côté, le microalliage de Ti ou V dans les précipités L_{12} Al_3Sc ralentirait le grossissement du précipité [13]. Récemment, Mo en tant que producteur de dispersoïdes et modificateur de β -Fe est de plus en plus introduit dans les alliages d'aluminium, et il a été prouvé que Mo est idéal pour améliorer les propriétés de résistance, ductilité et fatigue en favorisant α - $\text{Al}(\text{Fe,Mo,Mn})\text{Si}$ dispersoïdes en alliages 3xx et 3xxx [1, 3, 4, 14, 15]. L'effet du Mo dans d'autres systèmes d'alliages est encore un manque de recherche.

La génération actuelle de culasses de moteurs diesel est principalement produite en alliages de type 356 ou 319. Et il y a eu de nombreuses mises à niveau itératives pour les alliages 356. Cependant, le potentiel de ce système d'alliage semble être limité même après de nombreux efforts en raison de leur nature. L'élément de transition le plus efficace pour renforcer les alliages de type 356 jusqu'à présent est Mo combiné avec Mn qui est connu pour offrir une densité en nombre relativement élevée de dispersoïdes. Cependant, la recherche d'addition combinée des alliages de type V, Zr et Mo dans des alliages de type 356 est encore rare, et les propriétés des alliages de type 356 peuvent être encore améliorées par cette action de synthèse. De plus, on pense toujours que le taux de solidification plus élevé améliore les propriétés globales, y compris la résistance et la ductilité des matériaux en raison du renforcement de Hall-Petch. Alors que l'influence de la vitesse de refroidissement sur la formation des dispersoïdes a rarement été étudiée.

Si peut améliorer la fluidité et la propriété d'alimentation de la coulée des alliages coulés, cependant, une teneur élevée en Si dans les alliages 3xx a la suspicion d'empoisonner l'effet du renforcement par précipitation des précipités de la L_{12} -structure et également d'accélérer la transformation d'équilibre de θ' qui est supposée limiter leurs applications à

des températures plus élevées. Récemment, les alliages 2xx ont commencé à attirer l'attention des gens en tant qu'alliages de nouvelle génération en tant que matériau de culasse de moteur diesel en raison de leur résistance, ductilité et résistance au fluage extrêmement supérieures à celles des alliages 3xx courants à la fois à température ambiante et à haute température. Par exemple, l'alliage 206 a un meilleur effet de durcissement par vieillissement et une meilleure stabilité thermique que les alliages 319 [16, 17]. Les éléments de faible diffusion comme Mn, Zr et Sc, qui peuvent conduire aux dispersoïdes, ont également été confirmés pour se séparer à l'interface précipitation/matrice θ' à la fois par des expériences et des simulations, ce qui peut réduire efficacement le taux de grossissement des phases de renforcement à haute température. [18-21]. En conséquence, inhiber le processus de grossissement des précipités à travers les éléments de transition dans les alliages 2xx est une autre approche pour construire des alliages d'aluminium de moteur haute performance qui pourraient donner le maximum de performances possibles pour les culasses en aluminium dans un proche avenir. Les alliages coulés de type 224 ont montré d'excellentes propriétés à des températures élevées dans les recherches récentes [22]. Cependant, l'effet de V ainsi que de V et Zr combinés dans les alliages coulés Al-Cu n'est toujours pas clair, bien que la simulation suggère que la tendance à la ségrégation des solutés de V aux interfaces Al/ θ' n'est pas aussi forte que Zr et Sc, cependant, V en tant que l'un des diffuseurs les plus lents dans les alliages d'Al, a également un effet de liaison de soluté-vide relativement élevé qui peut ralentir les événements de diffusion dans la matrice d'aluminium. En attendant, le Sc, Zr est toujours une combinaison intéressante dans les alliages d'aluminium sous les aspects à la fois de la formation de précipités cohérents L_{12} parfois avec des structures noyau-coque [23] et de leurs excellents effets de stabilisation sur le grossissement θ' [19, 24].

1.2 Objectifs

- (1) Étudier l'influence des éléments de transition V, Zr et Mo ainsi que les vitesses de refroidissement sur les formations dispersoïdes dans les alliages coulés Al-Si de type 356 sous traitement traditionnel en solution et comparer les différents effets des V, Zr et Mo individuels et combinés sur les propriétés de température des alliages de type 356.
- (2) Étudier systématiquement l'effet des éléments de transition sur les microstructures (nucléation par précipitation et grossissement, etc.) et les propriétés à haute température de 224 alliages coulés de type Al-Cu avec des ajouts de traces V, Zr, V + Zr et Zr + Sc.
- (3) Fournir le mécanisme de renforcement approprié pour les applications à haute température des alliages d'aluminium.

1.3 Méthodologie

Pour atteindre les objectifs de recherche, différents moules perméables à la gravité sont utilisés pour préparer les alliages. Un appareil de test de conductivité électrique et un microduromètre Vickers sont utilisés pour surveiller les degrés de sursaturation des éléments d'alliage et les effets de durcissement. Un microscope optique, un microscope électronique à balayage avec une spectroscopie des rayons X à dispersion d'énergie et un système de diffraction par rétrodiffusion électronique ainsi qu'un microscope électronique à transmission avec une spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie ont été utilisés pour étudier l'évolution de la microstructure des alliages. Les logiciels CLEMEX PE 8.0 et ImageJ ont été utilisés pour analyser les images à des fins de quantification. Le système Gleeble 3800 a été utilisé pour effectuer des essais de traction et de compression à haute température. Une machine d'essai de fluage a été utilisée pour évaluer les propriétés de fluage des échantillons. Les détails des méthodologies sont donnés dans le chapitre 3.

Références

1. A. R. Farkoosh, X. Grant Chen, M. Pekguleryuz. Mater. Sci. Eng., A. **620**, 181-189 (2015).
2. M. Javidani, D. Larouche. Int. Mater. Rev. **59**, 132-158 (2014).
3. K. Liu, H. Ma, X. G. Chen. J. Alloys Compd. **694**, 354-365 (2017).
4. L. Jin, K. Liu, X. G. Chen. J. Mater. Eng. Perform. (2020).
5. K. E. Knipling. Development of a nanoscale precipitation-strengthened creep-resistant aluminum alloy containing trialuminide precipitates. DOCTOR OF PHILOSOPHY PhDT, Northwestern University, 2006.
6. T. Gao, A. Ceguerra, A. Breen, X. Liu, Y. Wu, S. Ringer. J. Alloys Compd. **674**, 125-130 (2016).
7. M. Rahimian, S. Amirkhanlou, P. Blake, S. Ji. Mater. Sci. Eng., A. **721**, 328-338 (2018).
8. J. Lai, C. Shi, X. G. Chen. Mater. Charact. **96**, 126-134 (2014).
9. A. Kumar, C. Sasikumar. Mater. Today. **4**, 307-313 (2017).
10. Y. Wu, H. Liao, K. Zhou. Mater. Sci. Eng., A. **602**, 41-48 (2014).
11. S. Camero, E. S. Puchi, G. Gonzalez. Journal of Materials Science. **41**, 7361-7373 (2006).
12. Z.-h. Jia, J.-P. CouziniÉ, N. Cherdoudi, I. Guillot, L. Arnberg, P. ÅSholt *et al.* Transactions of Nonferrous Metals Society of China. **22**, 1860-1865 (2012).
13. M. E. van Dalen, D. C. Dunand, D. N. Seidman. Acta Materialia. **53**, 4225-4235 (2005).
14. S. Chen, K. Liu, X. G. Chen. J. Mater. Res. **34**, 3071-3081 (2019).
15. A. R. Farkoosh, X. Grant Chen, M. Pekguleryuz. Mater. Sci. Eng., A. **627**, 127-138 (2015).
16. S. Roy, L. F. Allard, A. Rodriguez, T. R. Watkins, A. Shyam. Metallurgical and Materials Transactions A. **48**, 2529-2542 (2017).

17. S. Roy, L. F. Allard, A. Rodriguez, W. D. Porter, A. Shyam. *Metallurgical and Materials Transactions A*. **48**, 2543-2562 (2017).
18. D. Shin, A. Shyam, S. Lee, Y. Yamamoto, J. A. Haynes. *Acta Materialia*. **141**, 327-340 (2017).
19. Y. H. Gao, C. Yang, J. Y. Zhang, L. F. Cao, G. Liu, J. Sun *et al.* *Materials Research Letters*. **7**, 18-25 (2018).
20. P. Shower, J. Morris, D. Shin, B. Radhakrishnan, J. Poplawsky, A. Shyam. *Materialia*. **6** (2019).
21. A. Shyam, S. Roy, D. Shin, J. D. Poplawsky, L. F. Allard, Y. Yamamoto *et al.* *Materials Science and Engineering: A*. **765** (2019).
22. J. Rakhmonov, K. Liu, L. Pan, F. Breton, X. G. Chen. *Journal of Alloys and Compounds*. **827**, 154305 (2020).
23. E. Clouet, L. Lae, T. Epicier, W. Lefebvre, M. Nastar, A. Deschamps. *Nat Mater*. **5**, 482-488 (2006)e-pub ahead of print 2006/05/23.
24. S. Kumar Makineni, S. Sugathan, S. Meher, R. Banerjee, S. Bhattacharya, S. Kumar *et al.* *Sci Rep*. **7**, 11154 (2017)e-pub ahead of print 2017/09/13.

CHAPITRE 2 REVUE DE LA LITTÉRATURE

2.1 Un aperçu des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium sont souhaitables pour une large gamme d'applications industrielles en raison de certaines caractéristiques de base qui les rendent souhaitables pour une large gamme d'applications industrielles. Tout d'abord, le film d'oxyde de surface tenace naturel offre une bonne résistance à la corrosion. En particulier, les systèmes 1xxx, 3xxx, 5xxx et 6xxx pourraient même être utilisés pour entrer en contact direct avec l'eau de mer. Deuxièmement, l'aluminium et les alliages d'aluminium sont de bons conducteurs de chaleur mais avec un point de fusion plus bas que les aciers (environ 535 ° C), et ils sont plus lents à atteindre des températures très élevées en cas d'exposition au feu que l'acier. Troisièmement, l'aluminium pur et certains de ses alliages ont une conductivité électrique élevée remarquable, juste derrière le cuivre parmi les métaux communs comme conducteurs. Quatrièmement, son rapport résistance / poids élevé permet de remplacer certains métaux plus lourds sans perte de capacité de charge. En outre, excellente ténacité à la rupture, capacité d'absorption d'énergie, ouvrabilité, recyclabilité, etc. Toutes ces caractéristiques combinées ont conduit à une large utilisation de l'aluminium dans les conteneurs, les avions et les applications automobiles [1].

Les systèmes de désignation des alliages d'aluminium couramment utilisés selon la norme H35.1 de l'American National Standards Institute (ANSI) sont présentés dans le tableau 2.

1. La désignation générale de l'état des alliages d'aluminium est indiquée dans le tableau 2.2.

Tableau 2.1 Principaux éléments d'alliage dans le système de désignation des alliages d'aluminium

Alliage	Élément d'alliage principal
Alliage forgé	1xxx Surtout en aluminium pur; aucun ajout majeur d'alliage
	2xxx Cuivre
	3xxx Manganèse
	4xxx Silicium
	5xxx Magnésium
	6xxx Magnésium et silicium
	7xxx Zinc
	8xxx Autres éléments (par exemple, fer ou étain)
	9xxx Non attribué
Alliage coulé	1xx.x Aluminium pur, 99,00% max
	2xx.x Cuivre
	3xx.x Silicium, additionné de cuivre et / ou de magnésium
	4xx.x Silicium
	5xx.x Magnésium
	7xx.x Zinc
	8xx.x Étain
	9xx.x Autres éléments
	6xx.x Série inutilisée

Tableau 2.2 Principaux éléments d'alliage dans le système de désignation des alliages d'aluminium [2]

Suffix Letter F, O, H, T or W Indicates Basic Treatment Condition	First Suffix Digit Indicates Secondary Treatment Used to Influence Properties	Second Suffix Digit for Condition H Only Indicates Residual Hardening
F – As Fabricated		
O – Annealed-Wrought Products Only		
H – Cold Worked Strain Hardened	1 – Cold Worked Only	2 – $\frac{1}{4}$ Hard 4 – $\frac{1}{2}$ Hard
	2 – Cold Worked and Partially Annealed	6 – $\frac{3}{4}$ Hard 8 – Hard
	3 – Cold Worked and Stabilized	9 – Extra Hard
W – Solution Heat Treated		
T – Heat Treated Stable		
	T1 – Cooled from an Elevated Temperature Shaping Operation + Natural Age	
	T2 – Cooled from an Elevated Temperature Shaping Operation + Cold Worked + Natural Age	
	T3 – Solution Treated + Cold Worked + Natural Age	
	T4 – Solution Treated + Natural Age	
	T5 – Cooled from an Elevated Temperature Shaping Operation + Artificial Age	
	T6 – Solution Treated + Artificially Aged	
	T7 – Solution Treated + Overaged	
	T8 – Solution Treated + Cold Worked + Artificial Aged	
	T9 – Solution Treated + Artificial Aged + Cold Worked	
	T10 – Cooled from an Elevated Temperature Shaping Operation + Cold Worked + Artificial Age	

La présente étude se concentre principalement sur les alliages coulés, qui sont utilisés dans les pièces coulées à leur forme finale / quasi-finale et sur le lingot à partir duquel ces coulées sont réalisées. En général, les alliages coulés ne sont pas appliqués aux processus de laminage, d'extrusion, de forgeage ou autres processus de mise en forme des métaux ultérieurs.

Lorsque l'on parle du choix de moulage d'alliages d'aluminium, il y a toujours 3 facteurs à considérer, la facilité de coulée, la résistance et la qualité de finition. Cependant, peu d'alliages pourraient posséder toutes ces 3 caractéristiques. La série 3xx est exceptionnellement facile à couler, en raison de sa teneur en silicium relativement élevée qui lui confère une bonne capacité d'écoulement et de remplissage de moule. Par conséquent, la série 3xx est la plus utilisée, en particulier pour les pièces moulées de grande taille et complexes. Les alliages 2xx offrent une résistance très élevée mais sont plus difficiles à couler et à obtenir de bonnes surfaces, de sorte que leurs applications sont limitées aux endroits où la résistance et la ténacité sont la première priorité et des procédures de coulée compétentes peuvent être appliquées, par ex. dans l'industrie aérospatiale. Les séries 5xx et 7xx méritent une attention particulière pour leur finition fine, mais elles sont plus difficiles à couler. Par conséquent, ils sont généralement limités aux applications où la finition est primordiale, comme les roulements [1].

2.2 Développement d'alliages coulés Al-Si et Al-Cu

2.2.1 Développement d'alliages coulés Al-Si et leurs précipitations

Au cours des 50 dernières années, les alliages de fonderie à base d'Al-Si ont progressivement remplacé la fonte dans la production de composants moteurs, notamment les blocs moteurs et les culasses, de l'industrie automobile. En conséquence, le poids des automobiles a été considérablement réduit et, par conséquent, avec une meilleure efficacité énergétique. Les principaux avantages des alliages hypoeutectiques Al-Si sont un rapport

résistance / poids élevé, une conductivité thermique élevée et une excellente coulabilité [3, 4].

La première génération de blocs moteurs en aluminium a été appliquée aux moteurs à essence à la fin des années 1970. Alors que l'application d'alliages d'aluminium dans les moteurs diesel était très limitée jusqu'au milieu des années 90 en raison d'une technique insuffisante à l'époque et des exigences de performance plus élevées des moteurs diesel (température et pression plus élevées du mélange). Aujourd'hui, les blocs moteurs à essence sont généralement fabriqués par des alliages d'aluminium; et l'utilisation de l'aluminium dans les moteurs diesel augmente également. De plus, la plupart des culasses sont coulées en alliages d'aluminium. Enfin, la réduction de poids des moteurs de 15 à 35 kg a été obtenue en remplaçant la fonte par de l'aluminium.

Actuellement, les culasses sont principalement fabriquées en alliage hypoeutectique Al-Si, par exemple 319, 356 + 0,5Cu; les blocs moteur sont principalement produits par des alliages hypoeutectiques Al-Si équipés d'un revêtement en fonte ou d'autres matériaux appropriés, ou simplement avec un alliage hypereutectique Al-Si, par ex. 390; Les pistons sont principalement produits par des alliages de pistons Al-Si. Les compositions chimiques des alliages d'aluminium les plus populaires utilisés dans les applications de moteurs ainsi que leurs propriétés mécaniques à température ambiante sont présentées dans le tableau 2.3

Tableau 2.3 Composition chimique (% en poids) d'alliages d'Al de type 356, 319 et 390 avec les propriétés mécaniques à température ambiante [4].

Composition	Si	Cu	Mg	Fe	Mn	Ti	Zn	Ni	Al
356	6.5–7.5	<0.25	0.25–0.45	<0.6	<0.35	<0.25	<0.1	0	Bal.
319	5.5–6.5	3.0–4.0	<0.1	<1	<0.5	<0.25	<1	<0.35	Bal.
390	16–18	4–5	0.45–0.65	<1.3	<0.1	<0.2	<0.1	–	Bal.
Propriété	Traite ment thermi que	Force ultime /MPa	limite d'élasticité à la traction /MPa	Élongation %	limite d'élasticité à la compression /MPa	Module d'élasticité /GPa			
319	F	234	131	2.5	131	74			

	T6	276	186	3	186	–
356	F	179	124	5	–	–
	T6	262	186	5	186	72
390	F	200	200	<1	–	82
	T6	310	310	<1	414	–

Les alliages de type 356 ont une bonne combinaison de résistance et de ductilité, ainsi que de mieux performances de fluidité et de retrait, mais leur résistance diminue rapidement au-dessus de 200 °C. Les alliages de type 319 présentent un rendement et une résistance au fluage relativement plus élevés à des températures élevées (250 °C), bien que le ramollissement se produise lors d'une exposition prolongée. Cependant, un moteur pendant le travail peut être chauffé de -30 °C (courant en hiver au Canada) à plus de 250 °C. Étant donné que les clients veulent plus de puissance et moins de consommation d'essence, et les gouvernements du monde entier publient des réglementations environnementales plus strictes, qui incitent les fabricants à réduire la cylindrée et le poids du moteur, d'autre part, des améliorations technologiques telles que les systèmes d'injection directe de carburant et les turbocompresseurs sont appliquées aux maintenir la performance.

En conséquence, les améliorations conduisent à des températures et des pressions de fonctionnement plus élevées ainsi qu'à des contraintes thermomécaniques plus élevées, en particulier sur le pont de soupape entre les orifices d'admission et d'échappement sur la face de combustion des culasses [4]. Une zone de fissure typique dans la culasse est représentée sur la Figure 2.1.

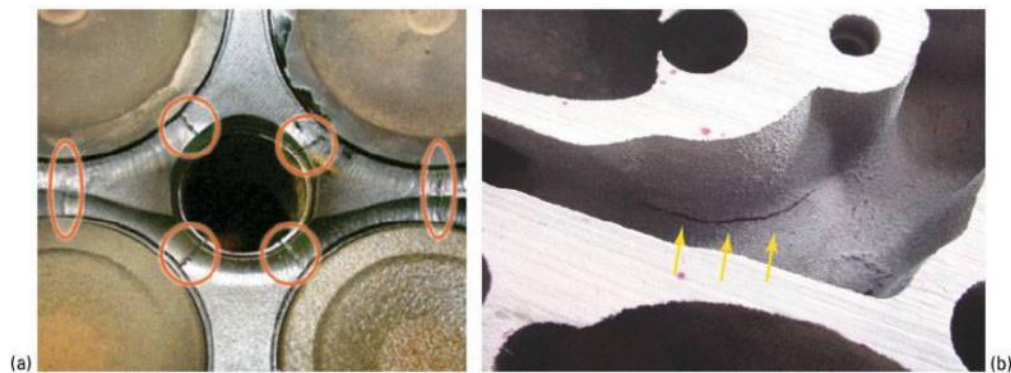
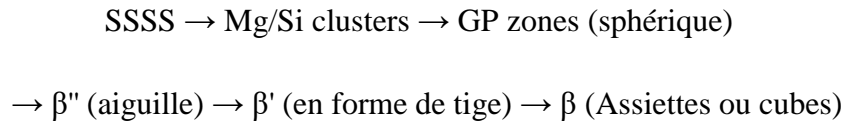
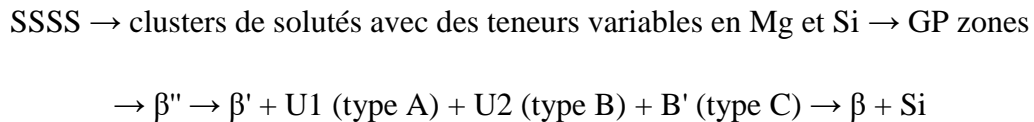


Figure 2.1 Photographies d'une zone typique d'initiation de fissure dans la culasse [4].

En ce qui concerne le durcissement par vieillissement (durcissement par précipitation), l'alliage 356 d'origine appartient aux systèmes Al–Mg–Si, qui sont largement utilisés comme alliages structuraux à résistance moyenne combinés à une bonne soudabilité, résistance à la corrosion et formabilité. Dans ce système, une échelle extrêmement fine des précipitations a été observée à température modérée (100-200 °C) bien avant [5]. La séquence de précipitation dans ce système d'alliage est généralement acceptée comme [6]:



Récemment, certaines phases supplémentaires ont été découvertes par des expériences, donnant la séquence de précipitation modifiée comme suit [7-9]:



Les premières étapes de la décomposition impliquent le regroupement séparé de Si et Mg suivi d'un regroupement de Si–Mg. Initialement, les clusters seront riches en Si, en raison de sa solubilité plus faible et de son taux de diffusion plus élevé en Al. Par la suite, Mg et plus de Si se diffuseront dans les clusters riches en Si pour former des grappes Mg/Si à partir desquelles les GP (zones GP-I) se formeront [10]. Avec un temps de vieillissement prolongé, les particules β'' (zones GP-II) se formeront. La phase β'' est entièrement cohérente avec la matrice Al le long de l'axe b (axe plus long) et semi-cohérente le long de a et c, qui se compose d'aiguilles de taille généralement $4 \times 4 \times 50$ nm. La contribution principale des effets de durcissement par vieillissement des alliages Al–Mg–Si provient des phases β'' et GP-I, ce qui signifie un ramollissement rapide à une température relativement élevée.

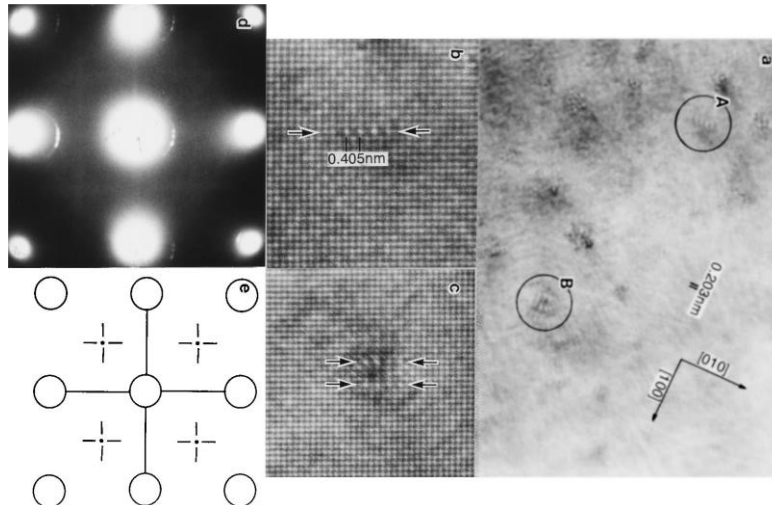


Figure 2.2 Micrographies électroniques à transmission (zones GP) des spécimens vieillis à 70 °C pendant 333h. (a) Une image HRTEM. (b) et (c) Photographies agrandies de régions marquées par les cercles A et B dans (a), respectivement. (d) Diagramme de diffraction de zone sélectionné tiré de (a). (e) Illustration schématique du SADP [11].

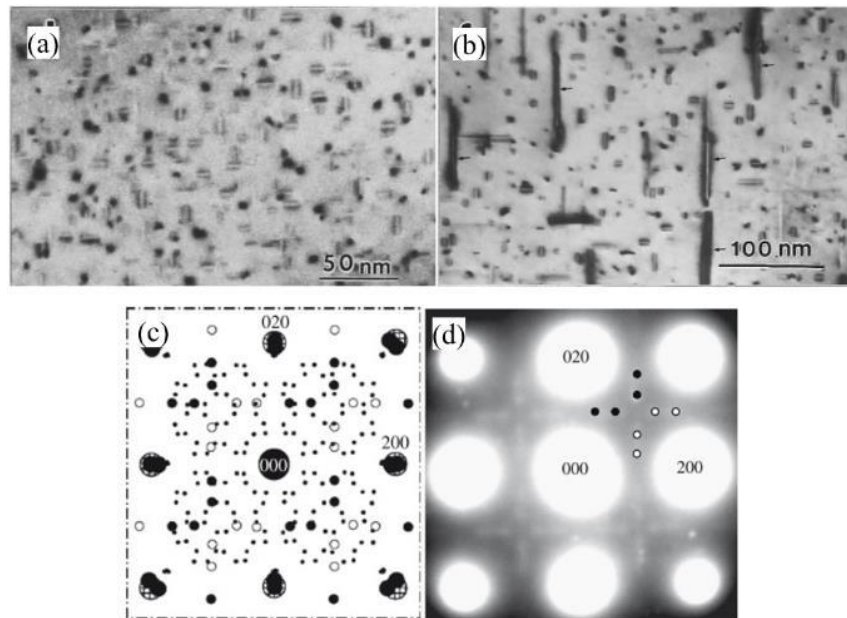


Figure 2.3 Micrographies TEM de précipités β'' / β' pendant le vieillissement artificiel: (a) 4 h à 175 °C. (b) 20 h à 200 °C [10]. (c) Simulé SADP [001]Al de phases β'' . (d) SADP expérimental de phases β'' [12].

La phase β' se présente sous forme de bâtonnets de plusieurs centaines de nanomètres de long et d'environ 10 nm de diamètre. En règle générale, il a été accepté d'avoir une structure

hexagonale, avec des dimensions de cellules unitaires $a = 0,705$ nm et $c = 0,405$ nm [11]. Ainsi, son axe c est entièrement cohérent avec la matrice Al le long de $\langle 001 \rangle \alpha$. Cependant, un paramètre de réseau différent de β' a également été signalé [7]. La phase β' coexistait également avec la phase hexagonale B' (type C) et au moins 2 autres phases: U1 et U2 [8, 13] (également appelés type A et type B [11]). Les phases β' et U2 se forment en même temps, la quantité et la taille augmentant au cours du vieillissement. La phase β' augmentera jusqu'à une quantité maximale suivie d'une diminution rapide, tandis que la quantité de phases U2 sera relativement stable bien que de fortes similitudes entre les phases U2 et β'' aient été récemment signalées (U2 peut être obtenu à partir de β' par remplacement des atomes de Mg et Si par Al et réarrangement des atomes) [13]. Ensuite, la formation des phases U1 commencera soudainement après la dissolution des phases β' et U2. Une petite quantité de B' précipite également nucléée de façon hétérogène dans la matrice. Les précipités U1 peuvent disparaître dans des conditions de vieillissement excessif dans lesquelles les phases d'équilibre β -Mg₂Si et Si sont prédominantes [11]. Les informations concernant certains précipités signalés dans les alliages Al-Mg-Si sont répertoriées dans le tableau 2.4.

Tableau 2.4 Les précipités existant dans le système Al-Mg-Si [13]

Phase	Shape	Formula	Space group	Lattice parameters (nm)
GP-zone	Needle	AlMg ₄ Si ₆	$C2/m$	$a = 1.48, b = 0.405, c = 0.648, \beta = 105.3^\circ$ [10]
GP-zone	Plate	Si/Mg = 1	(fcc L1 ₀)	$a = 0.405$ [11]
β''	Needle	Mg ₅ Si ₆	$C2/m$	$a = 1.516, b = 0.405, c = 0.674, \beta = 105.3^\circ$ [9,13,14]
β'	Needle	Mg _{1.8} Si	$P6_3$	$a = b = 0.715, c = 0.405, \gamma = 120^\circ$ [15–18,20]
B' (C)	Lath	Mg/Si ~ 1	Hexagonal	$a = 1.04, c = 0.405, \gamma = 120^\circ$ [1,2,21]
U1 (A)	Needle	MgAl ₂ Si ₂	P_{3m1}	$a = b = 0.405, c = 0.674, \gamma = 120^\circ$ [1,23]
U2 (B)	Needle	MgAlSi	Pnma	$a = 0.675, b = 0.405, c = 0.794$ [1,23]
β	Plate/cube	Mg ₂ Si	$F_{m\bar{3}m}$	$a = 0.6354$ [16,24]
Si	Plate	Si	$F_{d\bar{3}m}$	$a = 0.5431$

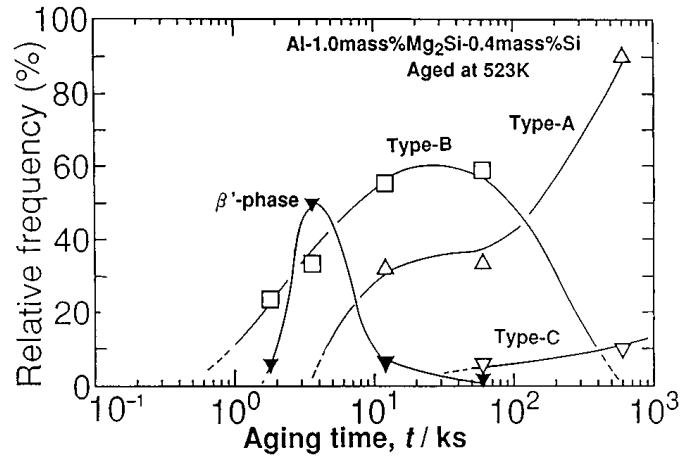


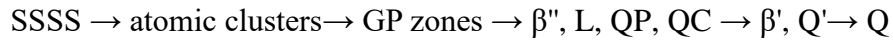
Figure 2.4 Fréquences relatives de quatre types de phases métastables dans un alliage Al-1.0mass% Mg₂Si-0.4mass% Si changeant avec le temps de vieillissement [11].

Cependant, l'effet de durcissement pourrait être fortement supprimé si les alliages sont naturellement vieillis pendant une longue période de temps après le traitement en solution. Il est rapporté que le grand nombre de précipités pré-β" s'est formé si les alliages étaient vieillis immédiatement après l'homogénéisation, qui se transforme en une structure dense de petites particules β". En revanche, la densité numérique des précipités β" est réduite de 80% s'ils sont stockés 7 jours à température ambiante avant vieillissement artificiel [14]. Par ailleurs, la stabilité thermique des précipités de renforcement formés dans le système Al-Mg-Si n'est pas aussi bonne que celle du système Al-Cu qui en limitait l'application à haute température [15, 16].

Le Cu est généralement ajouté dans les alliages coulés Al-Si pour améliorer les propriétés, en particulier la résistance aux températures élevées grâce à la modification du processus de vieillissement ainsi qu'au renforcement accru de la solution solide. Les alliages type 356 + Cu appartiennent généralement au système de vieillissement Al-Cu-Mg-Si [17]. La phase Q (Q') est une phase précipitée dans le système quaternaire Al-Cu-Mg-Si, largement utilisée pour le renforcement dans la matrice Al. Comme indiqué dans différents alliages, la phase Q s'est toujours formée avec accompagnée d'au moins un des précipités de type β' et θ' [18]. Ainsi, le processus de précipitation dans les systèmes quaternaires Al-Cu-Mg-Si

est toujours controversé, tandis que, un consensus est que le rapport Mg / Si et la teneur en Mg / Cu influencent fortement le processus de précipitation [18, 19].

Bien que certaines séquences de précipitation beaucoup plus compliquées aient été rapportées en fonction des compositions d'alliages, une séquence de précipitation possible dans une matrice en vrac pendant le vieillissement des alliages Al-Cu-Mg-Si est donnée à titre d'exemple [20]:



Les précipités métastables formés après les zones GP sont entièrement cohérents avec Al dans une direction $\langle 001 \rangle_{\text{Al}}$, mais ils prennent différentes orientations et formes de section transversale normales à cette direction cohérente [21], comme les détails le montrent le Tableau 2.5.

On pense que la phase L est un précurseur de Q' et il a été rapporté qu'elle avait une contribution significative à l'effet de durcissement [22]. La phase QP s'est formée à l'âge de pointe, le QC s'est produit sur le vieillissement excessif, et le Q' qui sur le vieillissement prolongé a finalement conduit à la phase d'équilibre stable Q, et les trois réseaux de Q, QC et QP sont basés sur le même réseau latent, le réseau QP [23], comme le montre la Figure 2.22. La séquence de la précipitation est:

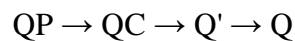


Tableau 2.5 Vue d'ensemble des phases de précipitation dans le système Al – Mg – Si – Cu [20].

Phase	Shape	Composition	Space group	Lattice parameters (nm)
QP	Needle	Unknown	$P\bar{6}2m$	$a = b = 0.393, c = 0.405$ [21]
QC	Needle	Unknown	$P\bar{6}2m$	$a = b = 0.670, c = 0.405$ [21]
C	Plate	Unknown	Monoclinic	$a = 1.032, b = 0.81, c = 0.405, \gamma = 101^\circ$
L	Needle	Unknown	Unknown	Unknown [18, 20]
Q'	Needle	Probably $\text{Al}_3\text{Cu}_2\text{Mg}_9\text{Si}_7$	Probably $P\bar{6}$	$a = b = 1.032, c = 0.405, \gamma = 120^\circ$ [5, 18, 22, 23]
Q	Needle	Probably $\text{Al}_3\text{Cu}_2\text{Mg}_9\text{Si}_7$	$P\bar{6}$	$a = b = 1.039, c = 0.402, \gamma = 120^\circ$ [22, 23]

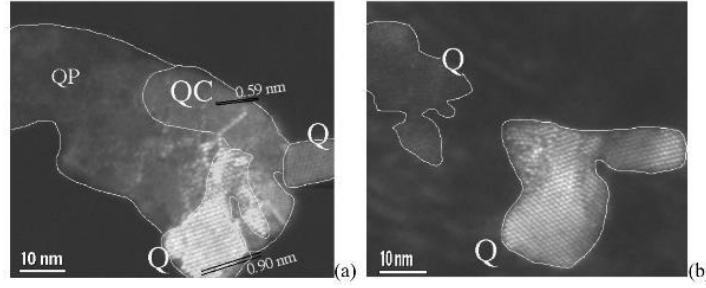


Figure 2.5 TEM d'un alliage à base d'Al-Cu-Mg-Si, expériences de chauffage in situ: (a) 30 °C, image de superstructure d'un précipité QC / C mixte; (b) 250 °C pendant 1 h suivi d'un refroidissement à 30 °C, les parties QC en vrac sont dissoutes, la partie QC entre les deux parties Q est transformée en phase Q, certaines des parties QP désordonnées environnantes sont également transformées en phase Q [24].

2 types de OR de réseau QP ont été rapportés: (1) $[001]_{QP} // [001]_{Al}$ et $(001)_{QP} // (110)_{Al}$; (2) $[001]_{QP} // [001]_{Al}$ et $(001)_{QP} // (100)_{Al}$. Il besoin de noter que la plupart des phases QC précipitent dans OR (1) sur la base du sous-réseau QP, tandis que la plupart des phases Q précipitent dans OR (2), ce qui peut expliquer la bonne cohérence entre les réseaux Al et Q dans $[510]_{Al}$ direction, illustré à la Figure 2.6 [23].

Le métastable Q' croît sous forme d'aiguilles cohérentes à l'intérieur de la matrice d'Al avec des directions d'aiguille le long de $\langle 100 \rangle_{Al}$, tandis que la phase d'équilibre Q a la même structure et une composition similaire (un peu plus de Cu dans Q que Q' a été rapporté [21]) avec des paramètres de réseau légèrement différents suggérant que la phase Q d'équilibre est en fait une version incohérente de la phase Q' et peut se développer sous forme de cristaux macroscopiques à l'extérieur de la matrice d'Al [25]. Il a été constaté que la composition stœchiométrique exacte de la phase Q varie entre différentes études, telles que $Al_3Cu_2Mg_9Si_7$, $Al_4Cu_2Mg_8Si_7$, $Al_5Cu_2Mg_8Si_6$ and $Al_4Cu_1Mg_5Si_4$ [26].

Récemment, les relations d'orientation multiples des précipités Q dans l'alliage Al – Mg – Si – Cu ont également été trouvées. L'angle entre un $\langle 112\bar{0} \rangle_Q$ avec son $\langle 100 \rangle_Q$ a le plus proche a été mesuré pour être compris entre $\sim 3^\circ$ et 15° . Cinq groupes OR différents ont été identifiés et la distribution des valeurs d'angle n'était pas uniforme dans cette plage de variation [27].

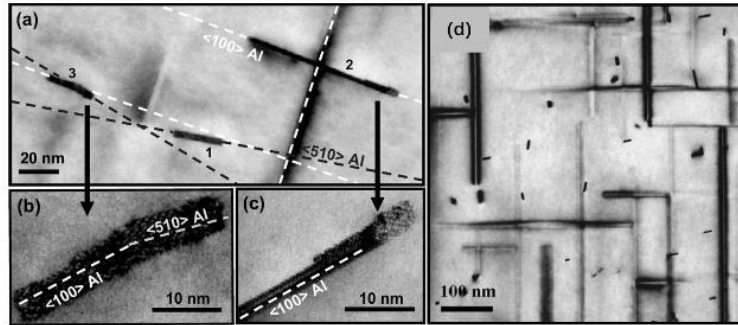


Figure 2.6 (a~c) Une image TEM montrant un précipité Q 'avec une section allongée le long de $\langle 510 \rangle$ Al avec un précipité mixte allongé le long des deux $\langle 100 \rangle$ Al dans $\text{Al}_{0.86}\text{Mg}_{0.13}\text{Cu}_{0.43}\text{Si}$ [21]. (d) Images de fond clair dans $\langle 100 \rangle$ axe de la zone Al à partir d'un alliage de 260 °C 3h $\text{Al}_{0.52}\text{Mg}_{0.3}\text{Cu}_{0.75}\text{Si}$ vieilli [20].

Habituellement, les propriétés mécaniques des alliages Al-Si de type 356 diminueront considérablement à la température de travail, en raison de la maturation Ostwald des précipités de renforcement conventionnels (principalement le β' - Mg_2Si et le Q'- AlCuMgSi) [4, 28]. Par conséquent, comment améliorer les propriétés à température élevée des alliages de fonderie Al-Si est d'une importance primordiale pour leur développement durable. De nombreuses recherches ont été menées en ajoutant des éléments de transition tels que Ni, V, Mn, Cr, Sc et Zr, etc. pour former des dispersoïdes et le renforcement de la dispersion des dispersoïdes thermiquement stables s'est avéré être l'un des meilleurs moyens de renforcement pour Alliages Al-Si à température élevée [28-30].

2.2.2 Développement d'alliages coulés Al-Cu et leurs précipitations

Au début, les alliages aluminium-cuivre sont principalement développés et servis avec l'évolution de l'industrie aérospatiale, et la chronologie des applications est indiquée dans la Figure 2.2 (a). Au cours des 80 dernières années, les alliages d'aluminium sont devenus le principal matériau des pièces de structure des avions commerciaux et militaires en raison de leurs excellentes propriétés, de leurs méthodes de conception arrondies, de leur fabrication et de leurs techniques d'inspection fiables. Selon les essais de conception, la diminution de la densité du matériau est environ 3 à 5 fois plus efficace que l'augmentation

de la résistance à la traction, du module élastique ou de la tolérance aux dommages si l'on considère les performances et le coût [2]. Une illustration du développement résistance-ténacité dans les alliages d'aluminium pour l'aérospatiale est présentée sur la Figure 2.2 (b).

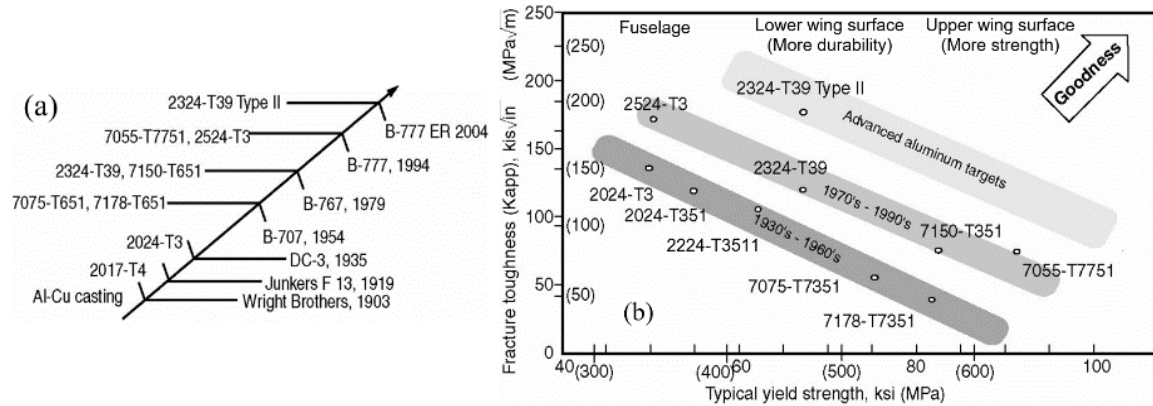


Figure 2.7 (a): Chronologie mettant en évidence l'introduction d'alliages d'aluminium dans les avions; (b): Illustration du développement continu de la résistance-ténacité dans les alliages d'aluminium (modifié d'après modified based on [31]).

Les alliages Al-Cu sont les principaux alliages appliqués dans les composants structurels de la cellule où la tolérance aux dommages est le principal critère de conception. Les alliages Al-Cu contenant du magnésium ont une résistance plus élevée en raison du renforcement des précipitations Al_2Cu et Al_2CuMg et une tolérance aux dommages supérieure et une bonne résistance à la croissance des fissures de fatigue par rapport aux autres séries d'alliages d'aluminium. Il est bien connu que différents composants de cellule nécessitent diverses propriétés mécaniques pour une conception optimale en raison des différentes conditions de charge qui leur sont imposées. Par exemple, le fuselage est toujours soumis à des charges de traction et de cisaillement de la cabine, où la ténacité à la rupture (résistance à la croissance des fissures) est souvent le paramètre de conception limitant [32].

L'alliage 2024 d'origine était l'un des alliages les plus largement utilisés dans la fabrication de fuselage d'aéronef, et il conserve son importance en tant que matériau de structure d'aéronef en raison de sa très bonne tolérance aux dommages et de sa résistance élevée à la

propagation des fissures de fatigue en condition vieillie T3. La limitation de cet alliage travaillant dans les régions fortement sollicitées est sa faible limite d'élasticité et son niveau de ténacité à la rupture modéré [33]. Grâce aux améliorations des techniques de contrôle et de traitement de la composition, une ténacité à la rupture et une résistance à l'amorçage et à la croissance des fissures de fatigue plus élevées ont été obtenues en réduisant les impuretés, en particulier le fer et le silicium.

Cependant, bien que l'ajout de Cu et de Mg dans une solution solide entraîne une résistance plus élevée, la résistance à la corrosion de l'alliage Al-Cu chute considérablement en raison de la formation de particules de phase intermétallique. Les alliages sont généralement sensibles aux attaques localisées, aux piqûres faciles à obtenir, à la corrosion intergranulaire et à la fissuration par corrosion sous contrainte [34]. Plusieurs recherches basées sur différents types de revêtements de conversion (composés de chrome hexavalent, sol-gel, polymères conducteurs, films à base de terres rares et acide phytique, etc.), ont été menées afin d'augmenter la résistance à la corrosion des alliages de la série 2000 [35-37].

Les compositions chimiques et les propriétés mécaniques de certains alliages d'aluminium de la série 2000 largement utilisés dans la cellule sont présentées dans les Tableau 2.6 [38].

Tableau 2.6 Composition chimique et propriétés mécaniques de certains alliages Al-Cu aérospatiaux [38].

2000 Series	Cu	Zn	Mg	Mn	Fe	Si	Cr	Zr	Ti	Al
2024	4.4	–	1.5	0.6	≤0.5	≤0.5	0.1	–	0.15	Remainder
2026	3.6–4.3	0.1	1.0–1.6	0.3–0.8	0.07	0.05	–	0.05–0.25	0.06	Remainder
2224	4.1	–	1.5	0.6	≤0.15	≤0.12	–	–	–	Remainder
2324	3.8–4.4	0.25	1.2–1.8	0.3–0.9	0.12	0.1	0.1	–	0.15	Remainder
2524	4.0–4.5	0.15	1.2–1.6	0.45–0.7	0.12	0.06	0.05	–	0.1	Remainder
2000 Series	UTS (MPa)		Yield Strength (MPa)		Fracture Toughness, K_{IC} (MPa m ^{1/2})				Elongation (%)	
2024-T351	428		324		37				21	
2026-T3511	496		365		NA				11	
2224-T39	476		345		53				10	
2324-T39	475		370		38.5–44.0				8	
2524-T3	434		306		40 (TL)				24	

Bien que les matériaux composites aient été de plus en plus utilisés pour les fuselages, les ailes et les autres composants structurels des alliages d'aluminium au cours des deux dernières décennies, les alliages d'aluminium à haute résistance restent leur importance dans la construction de la cellule. Parce que l'aluminium en tant que métal à faible coût,

léger, facile à produire et à haute performance peut être traité thermiquement et chargé à des niveaux de contraintes relativement élevés, ce qui peut réduire les coûts de fabrication et de maintenance. Un exemple est l'avion de grande taille A380 (Figure 2.8) qui montre que 66% du poids à vide est composé d'alliages d'aluminium, 16% de composites (plastiques renforcés de fibres de carbone, CFRP), 10% de titane et d'acier et 4 % de stratifié de fibre métallique.

Les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium nouvellement développés des séries 2000 et 7000 et des alliages Al-Li de nouvelle génération peuvent encore rivaliser avec les matériaux composites modernes, de sorte que l'application aérospatiale des alliages d'aluminium restera pendant un certain temps à l'avenir [38]. Cependant, les matériaux non métalliques, malgré les problèmes tels que les coûts de certification et de production plus élevés, l'absorption d'humidité, deviennent mous / cassants lorsqu'ils sont exposés à des environnements chauds / froids. etc., en raison de leurs propriétés de résistance spécifique supérieures offrent une alternative très compétitive, les producteurs d'aluminium doivent donc continuer à investir et faire de grands efforts pour améliorer les propriétés thermomécaniques des alliages Al-Cu aérospatiaux, par ex. une résistance et une tolérance aux dommages plus élevées, un meilleur comportement à la corrosion, une densité plus faible, etc. [38].

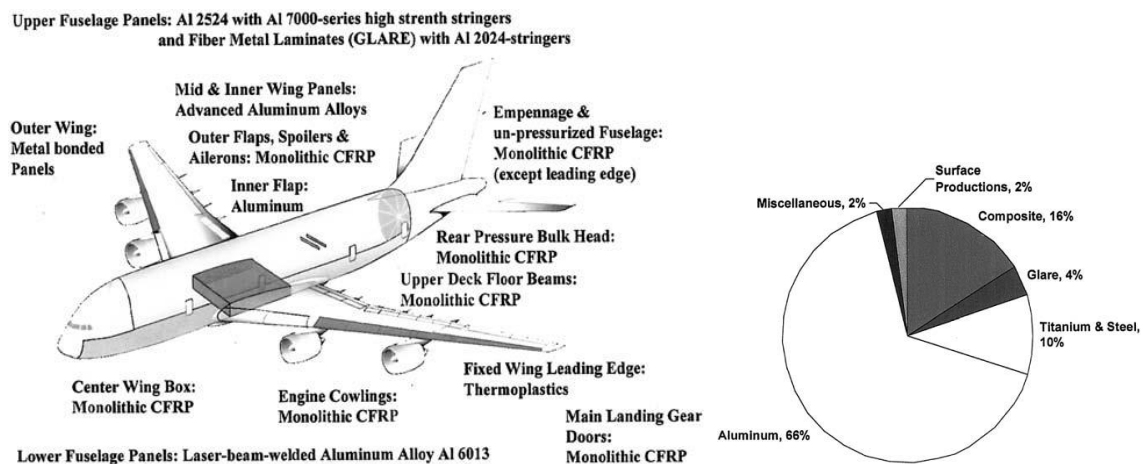


Figure 2.8 Schéma illustrant les matériaux choisis utilisés dans l'Airbus A-380 [32].

La famille Al-Cu est le système anti-âge le plus étudié. En fonction du degré de sursaturation et de la température de vieillissement, la séquence de précipitation varie. Le coin riche en Al d'un diagramme de phase d'équilibre Al-Cu avec le solvus métastable de la zone GP, θ'' et θ' est montré sur la Figure 2.9.

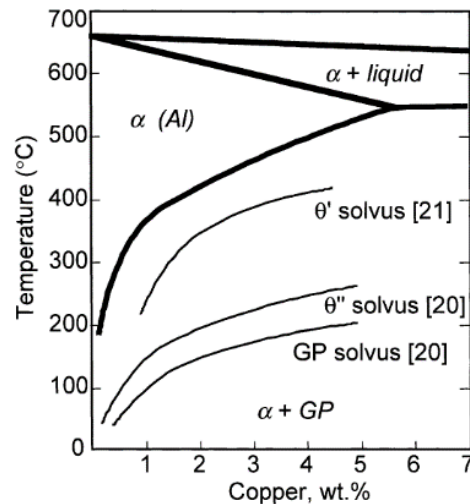
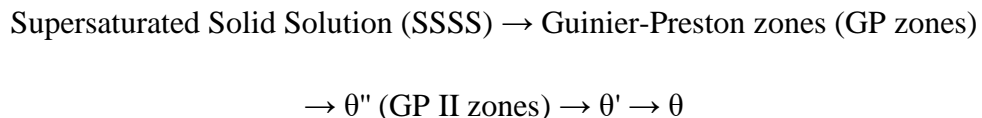


Figure 2.9 Coin riche en Al du diagramme de phase Al – Cu montrant les limites du solvus métastable pour les zones GP, θ'' et θ' , ainsi que la ligne de solvus d'équilibre pour la phase θ [39].

Il est communément admis que la séquence complète de décomposition des précipités dans ce système est la suivante [1, 40]



La séquence complète ne peut se produire que lorsque la température de vieillissement est inférieure au solvus de la zone GP. Les atomes de cuivre du soluté pourraient se regrouper spontanément dans la matrice d'Al après trempe à des températures inférieures au solvus de la zone GP métastable pour former les couches à un seul atome ou les multicouches de Cu sur les plans $\{001\}_{\alpha}$, appelés zones GP. Le diamètre critique de la zone GP est signalé entre 5 et 10 nm, après ça une période d'incubation commence pendant laquelle la taille de la zone et l'effet de renforcement restent constants. La phase θ'' précipite alors, qui est considérée comme 2 couches d'atomes de Cu mais séparées par 3 couches d'atomes de

$\{001\}_{\alpha\text{-Al}}$ et c'est la différence avec les zones GP [41], comme leur structures illustrées à la Figure 2.8. La phase θ'' en forme de plaque présente une cohérence avec la matrice Al sur de larges faces, tandis que les bords des plaques peuvent être semi-cohérents lorsque les plaques deviennent épaisses [42]. La formation de θ'' est également suivie d'une période d'incubation plus courte et de la formation ultérieure de la phase métastable θ' . Le θ' se présente comme un disque ou des plaques de forme octogonale avec la même relation d'orientation avec θ'' ($(001)_{\theta'} // (001)_{\theta''}$, $[010]_{\theta'} // [010]_{\theta''}$) et la structure cristalline de θ' est tétragonale centrée sur le corps (groupe d'espace I4/mcm, $a=0,404\text{nm}$ et $c=0,580\text{nm}$) par rapport à la matrice cubique en aluminium à face centrée ($a_{\alpha} = 0,405\text{nm}$). Les plaquettes en phase θ' finement dispersées sont considérées comme extrêmement résistantes au cisaillement qui sont cohérentes sur de larges faces et semi-cohérentes sur leurs bords [42]. Des recherches récentes ont suggéré que lors de la transformation de θ'' en θ' , une partie des précipités de θ'' se dissolvent pour fournir des atomes de cuivre supplémentaires car θ' (Al_2Cu) a une concentration en cuivre plus élevée que θ'' (Al_3Cu) et θ' les phases nucléées dans le précipité θ'' via le réarrangement à l'échelle atomique des éléments, plutôt que la nucléation indépendante de la phase θ' aux dépens de la phase θ'' [40]. Les segments θ' préformés peuvent se développer à l'intérieur d'un précipité θ'' en forme de plaque le long de sa direction axiale, qui finalement se rencontrent et fusionnent en un précipité θ' entier. De plus, les phases θ'' et θ' ont la même structure de réseau sur les larges interfaces [43]. Un vieillissement prolongé entraîne la formation des phases θ d'équilibre avec également une structure cristalline tétragonale (I4/mcm, $a=0,6066\text{nm}$, $c=0,4874\text{nm}$) mais a une variété d'orientations et de morphologies (159 orientations ont été rapportées pour un relatif de particules θ à la matrice $\alpha\text{-Al}$) [44].

Cependant, si la température de vieillissement est supérieure au solvus des zones GP, θ'' va directement nucléer dans la matrice et la nucléation de θ' aux sites θ'' sera également accélérée. La force motrice de précipitation plus petite, la diffusivité du soluté plus élevée et la fraction volumique inférieure de θ'' peuvent entraîner une taille plus grossière des

précipités, puis un effet de renforcement plus faible [39].

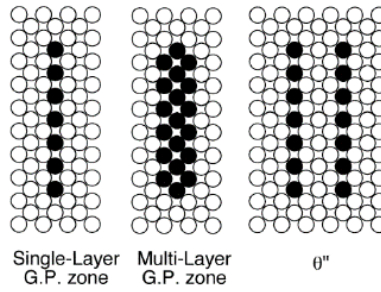


Figure 2.10 Diagrammes schématiques de la structure des zones GP monocouche, des zones GP multicouches et des précipitations θ'' , respectivement [39].

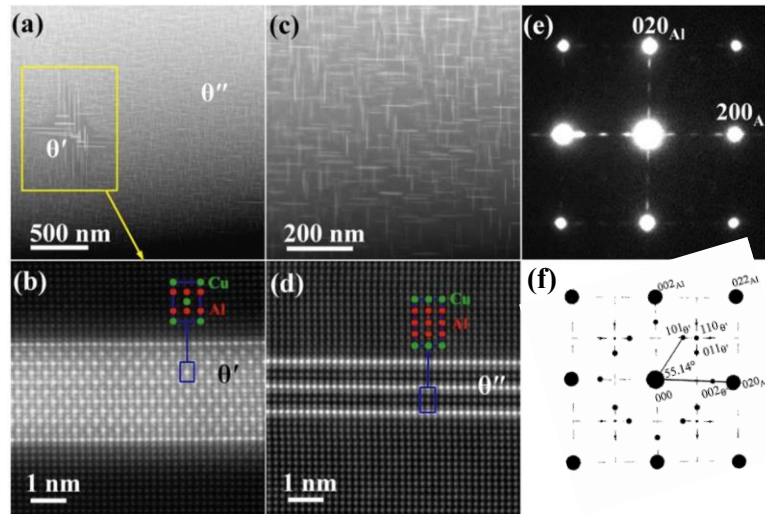


Figure 2.11 (a) L'image HAADF à faible grossissement le long de $\langle 100 \rangle_{\alpha\text{-Al}}$; (b) Image HAADF des gros précipités; (c) l'image agrandie montrant les petits précipités; (d) Image HAADF des petits précipités; (e) les modèles SAED de la matrice θ'' et $\alpha\text{-Al}$ [40]. (f) Schémas indexés du diagramme de diffraction électronique observé de θ' [45].

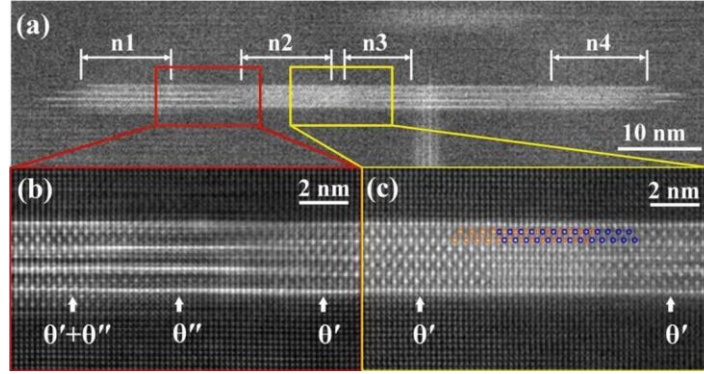


Figure 2.12 (a) Image HAADF d'un précipité θ'' endurant la transformation. Les sections n1–n4 se sont transformées en θ' . (b and c) Images HAADF agrandies (filtrées), diagramme schématique de l'extension des sections n2 et n3 est superposé sur (c), les cercles orange représentent les atomes de cuivre dans la section n2 et bleus la section n3, les atomes d'Al sont omis [40].

Les zones GP en forme de disque ou de raboteuse présentent une forme de tige normale à leurs plans d'habitude $\{001\}_\alpha$, donnant lieu à des stries continues dans les directions $\langle 010 \rangle_\alpha$ dans les modèles SAED. Habituellement, la caractéristique des précipités cohérents θ'' - Al_3Cu est les stries discontinues allongées le long des directions $\langle 010 \rangle_\alpha$ avec des maxima d'intensité à $1/4$, $1/2$ et $4/3$ de la position du réseau réciproque du $\{200\}$ réflexions, comme le montre la Figure 2.11 (e). Le θ' - Al_2Cu a des réélections ponctuelles autour de $\{001\}$ et $\{011\}$ comme le montre la Figure 2.11 (f).

Lors du grossissement du θ' , les changements d'épaisseur moyenne (d) et de diamètre moyen (L) sont différents [46, 47]. Lorsque les précipités sont petits, le modèle cinétique de «croissance du rebord» suggère une augmentation linéaire du rapport d'aspect de θ' avec le diamètre moyen, car les précipités «limités à la nucléation limités» s'étalent à une valeur constante d'épaisseur. Le modèle thermoélastique prédit une dépendance plus complexe qui se simplifie à $\kappa = L / d \propto \sqrt{L}$ lorsque les précipités sont importants. Ce qui signifie qu'au début de la croissance de la phase θ' , son épaisseur reste presque aussi constante; tandis qu'au stade du grossissement, l'épaisseur et le diamètre augmentent simultanément mais le diamètre augmente encore plus rapidement [48].

Généralement, plus de 2 types de phases peuvent coexister au cours d'étapes données du processus de vieillissement. Le mécanisme de la transformation de la phase précédente à la suivante implique généralement une nucléation hétérogène aux sites des produits antérieurs, une distribution fine et uniforme des précipités peut donc se produire.

Lorsque le contenu approprié de Mg est ajouté dans le système Al-Cu, le système de vieillissement Al-Cu-Mg se formera. Les alliages Al-Cu-Mg ont de larges applications dans de nombreuses applications structurelles légères importantes, telles que l'aérospatiale, le transport ferroviaire rapide et les domaines automobiles, en raison de leur haute résistance spécifique et de leur bonne résistance à la corrosion / fatigue. Par exemple, les alliages AA2024 (compositions nominales autour d'Al – 4,2Cu – 1,5Mg – 0,6Mn (% en poids)) ainsi que les dérivés AA2x24 (x = 1–5), avec des limites plus strictes sur les niveaux d'impuretés Fe et Si.

Il a été suggéré que, pour un rapport Cu / Mg inférieur à 4, la précipitation de S sera prédominante en supposant qu'aucun Si n'est ajouté dans l'alliage; Pour un rapport Cu / Mg compris entre 4 et 8, la séquence de précipitation conduit à la formation des phases d'équilibre θ -Al₂Cu et S-Al₂CuMg. La séquence de précipitation conduisant au S-Al₂CuMg est connue pour fournir un durcissement plus élevé à température ambiante que celui conduisant au θ -Al₂Cu [49]. L'indication coïncide bien avec la Figure 2.13. La séquence de précipitation conduisant à S-Al₂CuMg est connue pour fournir un durcissement plus élevé à température ambiante que celui conduisant à θ -Al₂Cu [49].

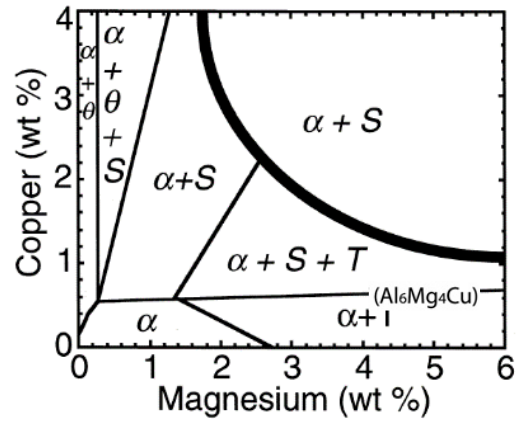


Figure 2.13 Diagramme de phase Al–Cu–Mg montrant les limites de phase à 190 °C. Le trait plein épais définit la limite de phase α / $\alpha + S$ à 500 °C [39].

La première séquence de précipitation de la phase S pour le vieillissement des alliages Al – Cu – Mg a été proposée par Bagaryatsky au début des années 1950 en quatre étapes [50]:

SSS \rightarrow GPB zones (Guinier–Preston–Bagaryatsky zones) \rightarrow

$S''/\text{GPB-II} + S' \rightarrow S' + S \rightarrow S$

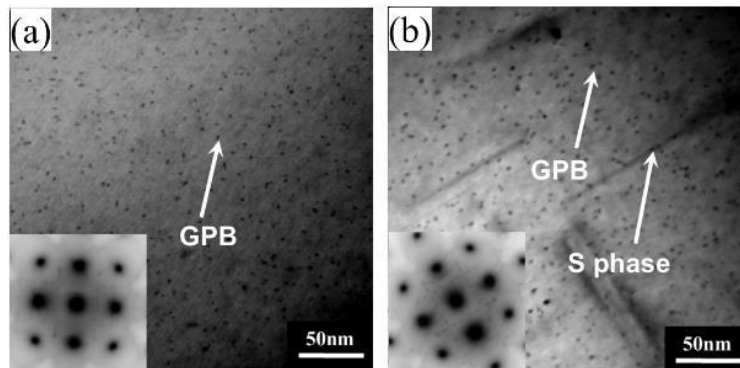


Figure 2.14 Images TEM et les profils SAED correspondants enregistrés près de $\langle 100 \rangle$ Al d'alliages Al – 4Mg – 1Cu – 0,5Si (% en poids) vieillis: (a) 200 ° C pendant 1 h, (b) 200 ° C pendant 16h (dureté maximale) [51].

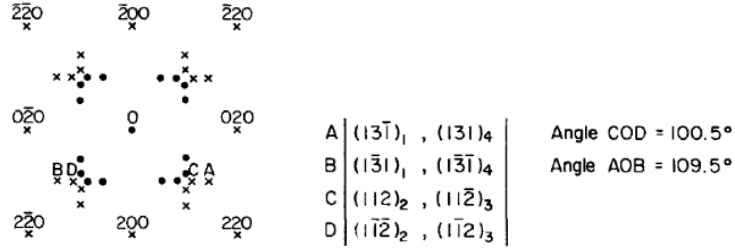


Figure 2.15 Interprétation du diagramme de diffraction avec la direction du faisceau matriciel [001]. Les croix représentent des réflexions primaires tandis que les cercles pleins sont des taches de double diffraction. Les variantes contribuant aux réflexions A, B, C et D sont répertoriées dans le tableau [52].

La zone GPB était considérée comme un ordre à courte portée des atomes de soluté de Cu et Mg. Il a été rapporté que S'' / GPB2 avait des structures variées (orthorhombique, cubique, tétragonale et monoclinique). Généralement, la phase S' est considérée comme semi-cohérente avec la matrice, possédant la même structure que la phase S avec seulement une légère différence de paramètres de réseau ($a = 0,404$ nm, $b = 0,925$ nm, $c = 0,718$ nm) La zone GPB était considérée comme un ordre à courte portée des atomes de soluté de Cu et Mg. Il a été rapporté que S'' / GPB2 avait des structures variées (orthorhombique, cubique, tétragonale et monoclinique). Généralement, la phase S' est considérée comme semi-cohérente avec la matrice, possédant la même structure que la phase S avec seulement une légère différence de paramètres de réseau ($a = 0,404$ nm, $b = 0,925$ nm, $c = 0,718$ nm) [53], par conséquent, de nombreuses publications récentes ne font aucune distinction entre elles [39, 54]. La phase S est une phase d'équilibre et est incohérente avec la matrice Al. Le modèle de phase S avec une composition d'Al₂CuMg déterminée comme une structure orthorhombique Cmc₂m [55] ($a = 0,400$ nm, $b = 0,923$ nm, $c = 0,714$ nm) connu sous le nom de modèle PW (Perlitz-Westgren) est le plus accepté jusqu'à maintenant.

Cependant, [56] ont trouvé l'existence des quatre phases différentes simultanément dans un alliage Al-Cu-Mg vieilli, et ont signalé différents paramètres de réseau de la phase S orthorhombique semi-cohérente ($a = 0,405$ nm, $b = 0,89$ nm, $c = 0,76$ nm) et phase S d'équilibre incohérente ($a = 0,405$ nm, $b = 0,921 \pm 0,006$ nm, $c = 0,719 \pm 0,012$ nm). Ils

ont également suggéré 2 sortes de précipités à basses températures, des amas ellipsoïdaux riches en Mg contenant des atomes de cuivre et des lacunes, et des zones GPB riches en Cu monocouches d'épaisseur contenant certains atomes de Mg. Les clusters Mg-Mg sont les premiers à apparaître, suivis des co-clusters Cu-Cu et Cu-Mg car l'énergie de liaison des atomes de Mg est plus élevée que celle des atomes de Cu et l'énergie d'activation pour la diffusion du Mg dans Al est également plus faible que pour Diffusion de Cu.

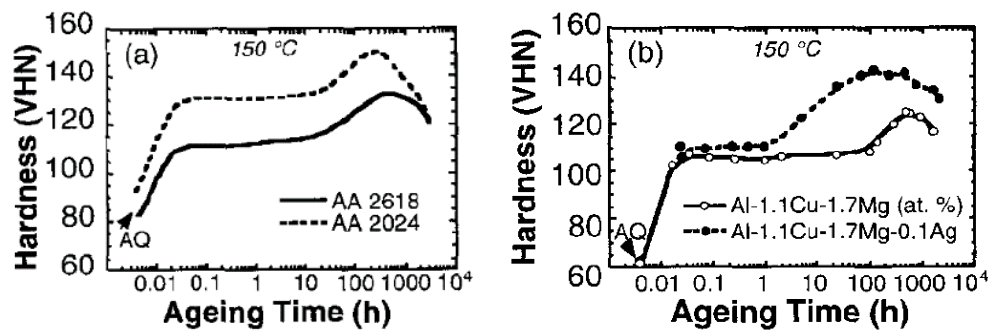
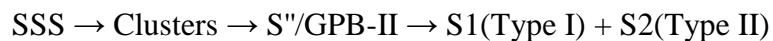


Figure 2.16 Courbes de durcissement à 150 °C pour (a) AA 2618 et AA 2024 et (b) Al-1.1Cu-1.7Mg (at.%) et Al-1.1Cu-1.7Mg-0.1Ag (at.%) [57].

Certains résultats de dureté des alliages Al-Cu-Mg avec le temps de vieillissement sont présentés sur la Figure 2.16 qui peut révéler certaines découvertes typiques d'alliages renforcés par des précipités S. L'effet de durcissement au vieillissement après trempe se produit en 2 étapes séparées avec un plateau pendant plusieurs heures entre les deux. La première étape du durcissement se produit très rapidement, se termine généralement dans les 60 ans et occupe presque 60% du durcissement total. Le premier stade de durcissement dans les alliages Al – Cu – Mg est généralement attribué à la formation de zones GPB (S'' n'a pas été observé dans cette étude), tandis que le deuxième stade de durcissement est généralement attribué à la formation du S' ou Phase S [39].

Aujourd'hui, la séquence de formation de la phase S par nucléation homogène est de plus en plus acceptée comme [54, 58, 59]:



Les précipités de type I ont la relation d'orientation rationnelle classique: $(001)_S // (021)_\alpha$, $[100]_S // [100]_\alpha$, qui ont la forme parfaite de lattes à côtés parallèles avec plan, avec des interfaces cohérentes parallèles à $(001)_S // (021)_\alpha$. Cependant, il est également courant d'observer les rotations du réseau de la phase S autour des axes communs $[100]_S // [100]_\alpha$. Le sens de rotation est unique et unidirectionnel, avec une valeur maximale autour de 7° [59]. À cette limite de rotation maximale, les précipités de type II possèdent une deuxième relation d'orientation rationnelle avec la matrice: $(0\bar{2}1)_S // (014)_\alpha$, $[100]_S // [100]_\alpha$. Le type II est un précipité non cohérent et est le plus stable des deux. Les 2 types de précipités sont représentés sur la Figure 2.17 (a)(b). [60] ont donné une illustration de 12 orientations équivalentes de précipitations S1, comme le montre la Figure 2.17 (c).

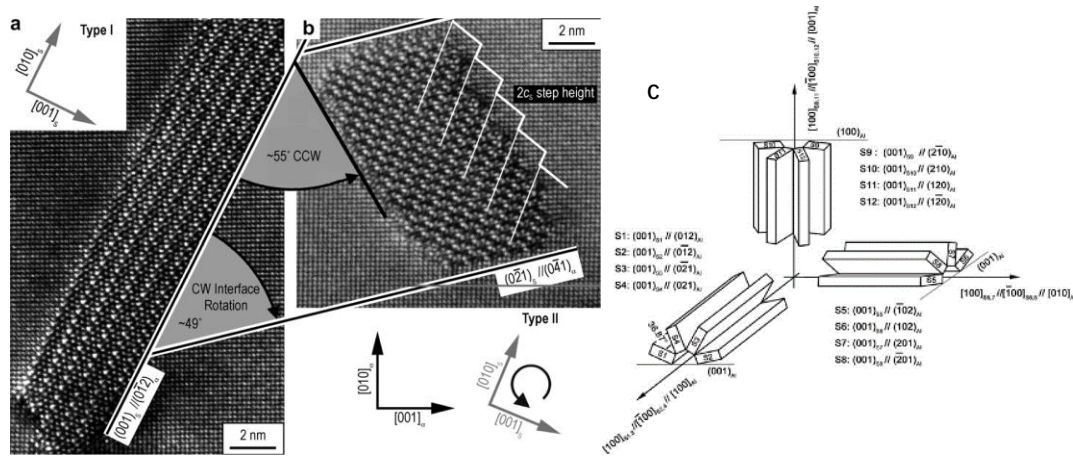
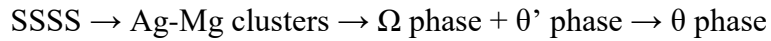


Figure 2.17 Comparaison des précipités (a) de type I et (b) de type II [59]. (c) Illustration schématique de 12 variantes équivalentes de type I dans la matrice Al.

Le système Al–Cu–Mg–Ag appartient également à la série 200/2000. Il a été démontré qu'une trace supplémentaire d'Ag ($\sim 0,1$ at.%) Dans des alliages à rapport Cu / Mg élevé ($\sim 10:1$) renforce considérablement l'alliage après des traitements thermiques de vieillissement appropriés en raison de la formation de disques fins et subtils Les précipités Ω qui nucléent et croissent sur les plans $\{111\}$ en plus des phases θ traditionnelles sur les plans $\{001\}$, comme le montre la Figure 2.18 [61, 62]. La phase Ω a été proposée pour la première fois par Polmear dans les années 1960 [63] et la structure cristalline la plus

acceptée de la phase Ω est l'orthorhombique à face centrée avec des paramètres de réseau $a = 0,496$ nm, $b = 0,859$ nm, $c = 0,848$ nm et le groupe spatial Fmmm [61]. La relation d'orientation des précipités Ω et de la matrice serait: $(001)_{\Omega} // (111)_{\alpha}$, $[010]_{\Omega} // [10\bar{1}]_{\alpha}$, $[100]_{\Omega} // [1\bar{2}1]_{\alpha}$ [64].

La séquence de précipitation des alliages Al-Cu-Mg-Ag non précontraints à une température de vieillissement entre 120-250°C peut être écrite comme suit [65]:



Il est généralement admis que la phase Ω est simplement $\theta(\text{Al}_2\text{Cu})$ déformée par sa forte interaction avec la couche limite plaquettaire sur $(111)_{\alpha}$ [66, 67]. La surface $(111)_{\alpha}$ est le principal plan de glissement de l'aluminium, ce qui fait que Ω possède un excellent effet de renforcement et une propriété mécanique relativement élevée par rapport à l'alliage d'aluminium [68]. Les plaques en phase Ω possèdent une résistance au grossissement supérieure au vieillissement à des températures inférieures à 200 °C et pourraient maintenir une cohérence le long des plans $(111)_{\alpha}$ à des températures allant jusqu'à 250 °C [65], mais un grossissement rapide et une transformation à l'équilibre La phase θ se déroule à des températures plus élevées [66].

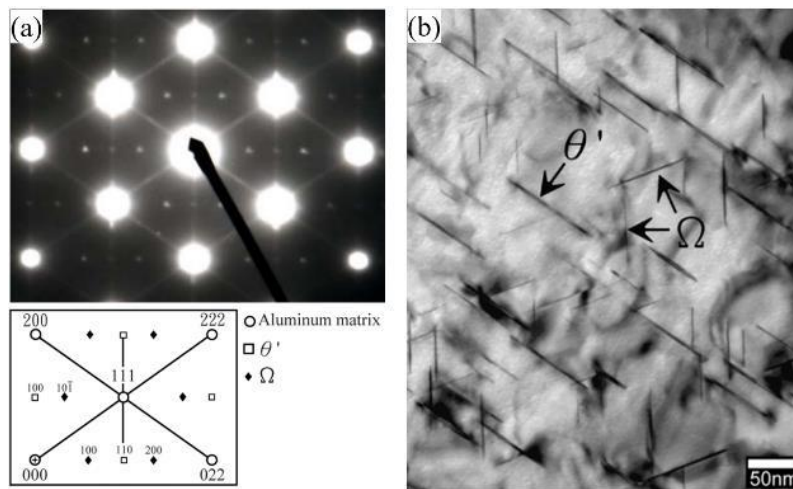


Figure 2.18 (a) Un diagramme de diffraction montrant les diverses intensités de taches et de stries des phases Ω et θ' dans un alliage A201-T7 avec un axe de zone $\langle 011 \rangle_{\alpha}$; (b) Image TEM à champ clair [69].

Il a été confirmé que les précipités Ω évoluent à partir de co-clusters Ag-Mg en continu, plutôt que hétérogènes nucléés sur certaines phases dites précurseurs de Mg_3Ag , par conséquent, sa distribution est uniforme [42, 70]. Les précipités Ω contiennent des solutés de Cu, Mg et Ag dans le précipité à un stade précoce, cependant, les atomes Ag et Mg se séparent aux interfaces Ω / α pendant le grossissement entraîné par une énergie de déformation inadaptée réduite à la large interface [70]. Une étude récente a démontré une structure interfaciale à double couche très stable entre une phase Ω grossière et une matrice d'Al dans un alliage Al-Cu-Mg-Ag, et certaines substitutions d'Al pour les atomes de Mg à l'interface Ω / α pourraient minimiser la déformation inadaptée et l'énergie libre, puis stabilisent considérablement la structure de l'interface ainsi que la phase Ω [62].

2.2.3 Potentiel de l'alliage coulé Al-Cu dans les applications automobiles

Comme nous l'avons mentionné, les systèmes d'aluminium les plus couramment utilisés dans les applications de moteurs sont les alliages coulés Al-Si-Mg et Al-Si-Cu-Mg. Le silicium dans ces alliages assure une fluidité idéale, une résistance à la déchirure à chaud et de bonnes caractéristiques d'alimentation de moule [1]. Les tendances récentes en matière d'excogitation des systèmes d'alimentation automobile poursuivent des conceptions modernes à haut rendement par le biais de moteurs plus petits et turbocompressés. Cependant, ces moteurs surpressés devraient augmenter la température de fonctionnement du moteur, en particulier la culasse, à 300–350 °C dans un proche avenir. Alors que, dans une telle plage de températures, les alliages de type 356- ou 319- seront extrêmement mous en raison de leurs précipités de renforcement entièrement grossiers ou transformés à l'équilibre. Bien que les propriétés à haute température de ces alliages puissent être encore améliorées en augmentant la stabilité thermique des précipités de renforcement principaux ou en introduisant des dispersoïdes thermostables contenant des éléments de transition (Sc, Zr, V, Mo, etc.) comme diffuseurs lents, les effets de renforcement dans les alliages à haute teneur en Si ne pouvaient guère être un niveau

révolutionnaire.

Des alliages Al-Cu 206 ont également été utilisés pour la fabrication de culasses automobiles. Une étude récente [71] a démontré que l'ajout de traces de Mg dans 224 alliages peut considérablement améliorer la résistance à 142 MPa à 300 °C. Pour clarifier les grandes différences de propriétés à température élevée entre Al-Cu et les alliages de culasse Al-Si-Cu(-Mg) et Al-Si les plus utilisés, une certaine limite d'élasticité à 300 °C après stabilisation est indiquée dans le Tableau 2.7. Grâce à la propriété supérieure à haute température des alliages coulés Al-Cu, il promet d'être le matériau de moteur automobile de prochaine génération et de pousser l'efficacité du moteur à un niveau beaucoup plus élevé.

Tableau 2.7 Comparaison de la limite d'élasticité à 300 °C de divers alliages d'aluminium coulé [71].

Alliages	YS (MPa) à 300 °C avec stabilisations		
	100 h	200h	1000 h
224-(0Mg)-T7	110	~105	--
224-(0.13Mg)-T7	142		125
Al5CuMg-T6 (206)		60	--
Al5CuNiMnZr-T6 (RR350)		105	--
356-T6	~28		~24
356ZrV-T6	41		--
3560.5Cu-T7	33		--
3560.5Cu0.3Mo-T7	47		--
319-T7	51		34
3190.25Mn0.3Mo-T7	60		54

Il a été révélé que les précipités θ' dans les alliages Al-Cu ont une stabilité à la température élevée beaucoup plus élevée que les alliages Al-Si-Cu-Mg [15, 16]. La raison des grandes différences de propriétés à haute température entre les alliages Al-Cu et Al-Si-Cu-Mg peut être que certains éléments de soluté comme le Si, ont tendance à accélérer la transformation de θ' à l'équilibre θ , ce qui détériore les propriétés mécaniques des les alliages Al-Si-Cu-Mg [72].

Une étude récente [73] a démontré expérimentalement que la température de travail des alliages Al-Cu coulés pouvait être étendue à au moins 300°C en stabilisant le précipité θ' avec le microalliage Mn et Zr. L'enquête a révélé que les atomes de soluté ségrégués aux interfaces cohérentes et semi-cohérentes entre Al et θ' contribuaient à la stabilisation à haute température des interfaces grâce à la barrière de diffusion, à la traînée du soluté, à la réduction de l'énergie interfaciale et à la modification de la déformation du réseau, comme le montre la Figure 2.19 [74-77].

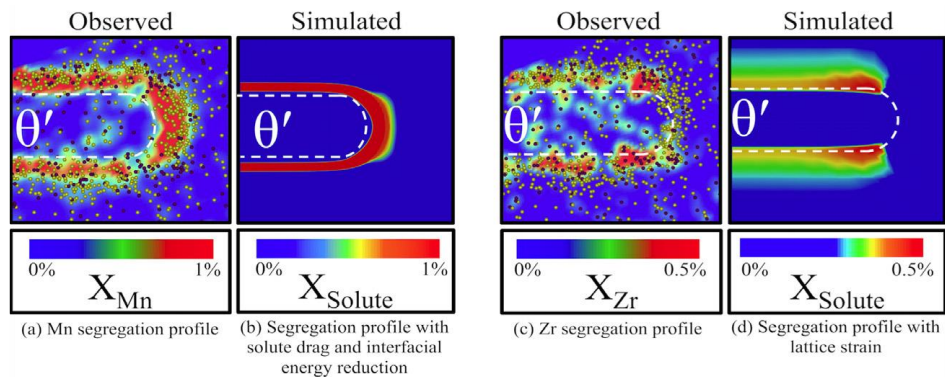


Figure 2.19 Profils de ségrégation de soluté prédits par des simulations de champ de phase par rapport aux profils de ségrégation empiriques observés avec APT [74].

De plus, une base de données de premiers principes décrivant l'énergie de ségrégation des solutés aux interfaces α / θ' basée sur une simulation de la théorie fonctionnelle de la densité (DFT) a été récemment développée [76, 78], comme le montre la Figure 2.20, qui peut également servir de référence pour la ségrégation multiple des solutés dans le système Al-Cu et la conception d'alliages Al-Cu à durcissement par vieillissement à composants multiples avec stabilité thermique à l'avenir. De plus, l'existence d'atomes Mn, Zr et Sc diffusifs lents ont également été confirmés aux interfaces α / θ' dans les alliages Al-Cu qui pourraient inhiber le grossissement des précipités par de nombreuses recherches récentes, et leur effet de renforcement sur les propriétés à haute température était aussi impressionnant.

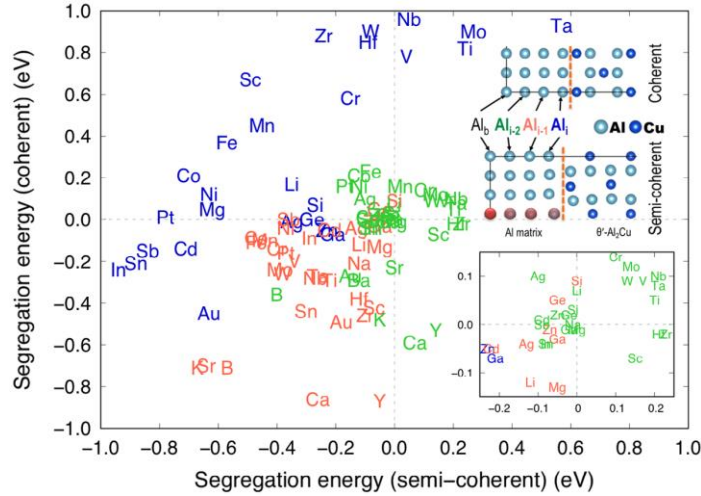


Figure 2.20 Énergies de ségrégation DFT de 34 solutés à chaque plaquette (Al_{i-2} , Al_{i-1} et Al_i) aux interfaces cohérentes et semi-cohérentes entre la matrice Al et θ' . Seules les énergies de ségrégation les plus faibles à des plaquettes données sont indiquées [78].

Avant que le comportement de ségrégation des éléments de transition dans les alliages d'aluminium ne soit observé, le mécanisme de liaison au soluté est généralement utilisé pour expliquer l'effet des éléments d'alliage sur le processus de vieillissement. Par exemple, le vieillissement naturel réduit ou inhibé dans les alliages Sn, Cd et In contenant Al-Cu pourrait s'expliquer par leurs énergies de liaison à haute vacance [79]. En fait, le mécanisme peut aider à comprendre de nombreux processus physiques de base, tels que la diffusion, la ségrégation et l'ordre, etc. autre. Les énergies de liaison soluté-vacance du plus proche voisin de certains éléments de transition communs sont représentées sur la Figure 2.21 [79].

Les éléments de transition 3d et 4d ont généralement une forte interaction répulsive avec la vacance en raison de la rupture des fortes liaisons sp-d (hôte-impureté) [80]. Il est prouvé que la diffusion d'atomes de métaux de transition avec des énergies de liaison au soluté élevées dans l'aluminium telles que V et Ti, est limitée par les échanges de soluté-vacance qui nécessitent des énergies d'activation remarquablement élevées et leurs diffusivités dans Al ont de fortes tendances avec le nombre de d électrons à valence [81]. Alors que, pour les atomes dont l'énergie de liaison au soluté est faible, comme le Co et le Cu, leur diffusion

dépend fortement de l'échange de vacance. En conséquence, les atomes de liaison à forte diffusion de soluté à diffusion lente peuvent provoquer une déviation de la concentration de vacance près d'un atome de soluté par rapport à la valeur en vrac conduisant à la redistribution des lacunes. Ainsi, la diffusion de ces atomes de liaison à faible vacance sera influencée.

Des recherches récentes suggèrent que l'existence d'atomes avec une grande amplitude d'énergies de liaison soluté-vacance telles que Nb et Zr qui reste dans la matrice α -Al, peut ralentir la diffusion des atomes de Cu en contrôlant les migrations de vacance, contribuant au ralentissement du grossissement de précipités que ceux en alliage binaire Al-Cu [82].

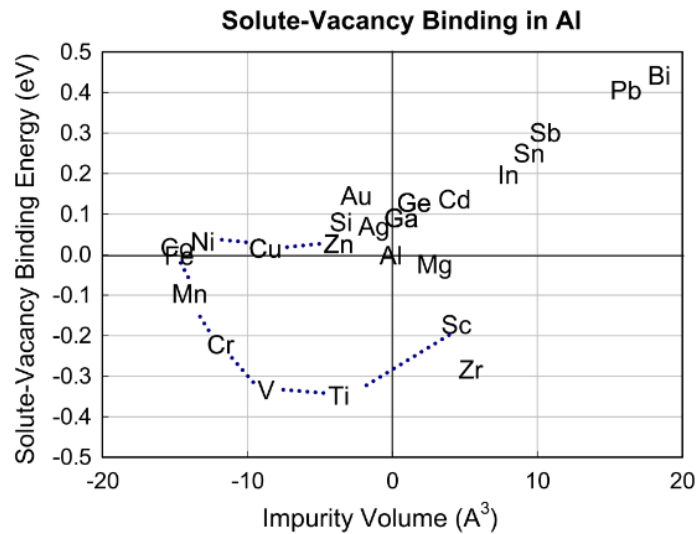


Figure 2.21 Premiers principes calculés des énergies de liaison au soluté du plus proche voisin en fonction du volume d'impureté du soluté unique [79].

Il a également été rapporté que le dispersoïde cohérent préexistant Sc, Zr contenant $L1_2$ dans les alliages Al-Cu peut favoriser la formation et ralentir le taux de grossissement des phases θ'' et θ' qui découle des comportements d'interaction entre les dispersoïdes et les précipités tels que les dispersoïdes offrant des sites de nucléation supplémentaires hétérogènes pour les précipitations et réduisant l'énergie de déformation des champs de souche dispersoïdes-précipitation chevauchants [82]. Ces découvertes révèlent davantage

d'occasions de repousser davantage les limites de température élevées des alliages durcis par précipitation.

2.3 L'effet des éléments de transition dans les alliages d'aluminium

2.3.1 Mn

Les alliages d'aluminium contiennent toujours du fer comme impureté, ce qui favorise inévitablement la formation de diverses phases intermétalliques en fonction de la composition de l'alliage, de la vitesse de refroidissement lors de la solidification et du traitement thermique. Les phases intermétalliques riches en fer sont bien connues pour avoir une forte influence sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Si. Les alliages moulés 3XX contiennent généralement deux intermétalliques contenant du Fe (π -Al₈FeMg₃Si₆ and β -Al₅FeSi). La phase π -Al₈FeMg₃Si₆ avec la morphologie du script chinois se décompose généralement pendant le traitement de la solution. Cependant, la phase β -Al₅FeSi est thermodynamiquement stable à la température de la solution et ne peut pas être dissoute pendant le traitement de la solution, comme leurs morphologies sont représentées sur la Figure 2.22. On pense que le β -Al₅FeSi fragile avec des morphologies en forme d'aiguille ou de plaque qui s'est formé à la fin du processus de solidification et peut inhiber l'alimentation interdendritique conduisant aux pores de rétrécissement aurait des effets néfastes sur la ductilité et la ténacité à la rupture des alliages [28].

Des recherches ont été menées pour réduire les effets négatifs de la phase β en la convertissant en la phase α moins nocive, qui a une morphologie d'écriture chinoise, comme le montre la Figure 2.22 (a). Ceci est accompli le plus souvent en ajoutant de petits ajouts de Mn [83]. Il a été signalé que le niveau critique de Mn / Fe dans les alliages était d'environ 1,2 pour transformer complètement la phase β , tandis que des quantités plus

élevées de Mn conduisent à une augmentation indésirable de la fraction volumique de la phase α [84].

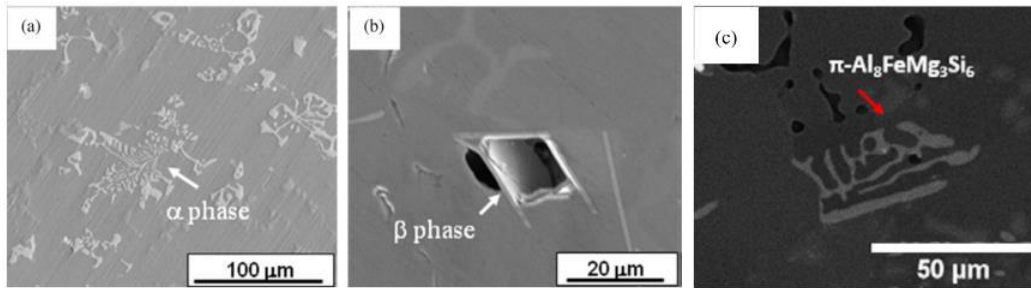


Figure 2.22 Microstructures des 3 différents types de phases intermétalliques du fer: (a) phase chinoise α -Al (Fe, Mn) Si en script et (b) phase β -Al₁₅FeSi en forme de plaque dans un alliage d'aluminium de type 319. [83] (c) Script chinois π -Al₈Mg₃FeSi₆ en phase dans un alliage d'aluminium de type 356 [85].

La structure de la phase α est largement acceptée comme étant un groupe d'espace $Im\bar{3}$ cubique avec un paramètre de réseau d'environ 1,25 nm [53, 83, 86]. Son schéma EBSD avec des «bandes doubles» asymétriques représentant des bandes presque parallèles correspondant aux $\{235\}$ et $\{358\}$ est censé être étroitement lié à la phase quasicristalline $m\bar{3}\bar{5}$ icosaédrique, comme le montre la figure 2, cohérente avec le α la phase étant approximative de la phase icosaédrique. La structure de la phase β est déterminée comme étant orthorhombique (groupe d'espace $Cmcm$) avec des paramètres de réseau: $a = 0,618$ nm, $b = 0,620$ nm et $c = 2,08$ nm [83, 87]. Les plaquettes β étaient des monocristaux contenant fréquemment une densité élevée de (100) défauts [83].

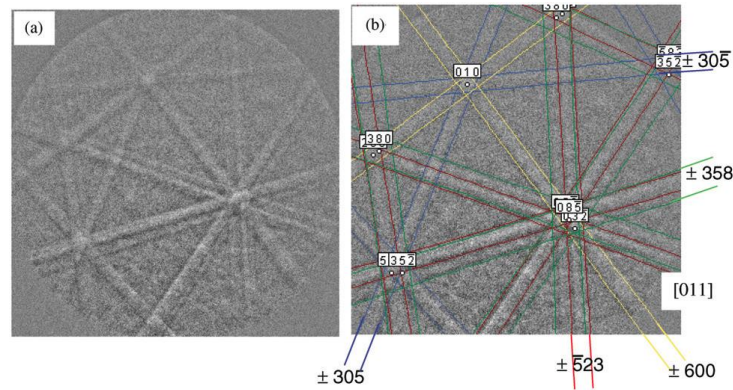


Figure 2.23 (a) Diagrammes de diffraction de rétrodiffusion d'électrons de la phase Si du script chinois α -Al(Fe,Mn)Si. Notez les «bandes doubles» asymétriques dans (b) [83].

De même, dans les alliages à faible teneur en Si comme 3xxx, Fe diminue la solubilité de Mn et augmente donc la probabilité de formation de grosses particules intermétalliques primaires d' $\text{Al}_6(\text{Mn,Fe})$, qui ont également un effet négatif sur la ductilité.

D'autre part, l'addition de Mn pourrait augmenter la précipitation des dispersoïdes α -Al(Mn,Fe)Si ou $\text{Al}_6(\text{Mn,Fe})$ de la matrice sursaturée pendant le traitement en solution en fonction des conditions de l'alliage, et améliorer la limite d'élasticité, comme tant que la concentration de Mn était inférieure à la limite de la solution solide [88-90]. Il a été signalé que la «phase u» est une phase intermédiaire lors de la formation des dispersoïdes α -Al(Mn,Fe)Si d'équilibre, qui se nucléent sur les phases β de dissolution en raison de la similitude structurale entre la «phase u» et β' ainsi que la matrice. Les dispersoïdes α -Al(Mn,Fe)Si nucléent de façon hétérogène sur la «phase u» et finissent par consommer complètement la «phase u». Le résultat est une chaîne de dispersoïdes α -Al(Mn,Fe)Si le long de la direction de longueur du précipité β' d'origine [91]. Ce processus est illustré à la Figure 2.24.

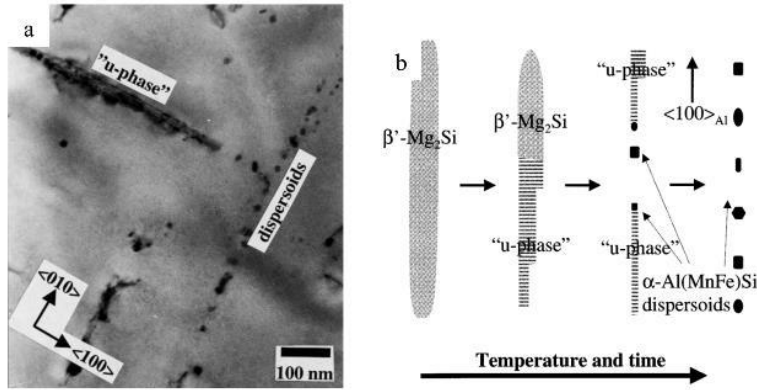


Figure 2.24 (a) Micrographie à fond clair TEM d'une particule en «phase u» et de dispersoïdes après chauffage continu à 400°C (alliage C). (b) Un modèle de précipitation des dispersoïdes [91].

2.3.2 Ti (Al–5Ti–B)

Le raffinement du grain a été défini comme «une suppression délibérée de la croissance des grains cylindriques dans les lingots et les pièces moulées et la formation d'une fine structure de solidification équiaxe dans tout le matériau» [92]. Il a été découvert en 1930 que des ajouts de titane à de l'aluminium liquide produisaient des grains plus petits et plus équiaxes dans le produit par rapport à aucun ajout. L'addition de titane représente normalement 0,1 wt.% en poids ou moins de la limite de solubilité de Al_3Ti dans $\alpha\text{-Al}$, les noyaux se dissolvent dans un court laps de temps, puis l'effet d'affinage du grain s'estompe. Lorsque du bore est ajouté pour former un alliage maître ternaire Al–Ti–B, l'efficacité du raffinage des grains sera considérablement améliorée: la taille moyenne des grains est plus petite que celle avec le même niveau d'addition de titane, et le temps supportable augmente également [93]. Il a été démontré qu'une taille de grain plus fine et plus équiaxe entraîne une augmentation de la résistance, de la ténacité et de la qualité de finition de surface du métal solide et une amélioration de l'uniformité des propriétés mécaniques, qui sont bénéfiques pour le traitement, le laminage et l'extrusion, etc. [94].

De nos jours, le raffinage des grains en ajoutant des raffineurs de grains comme la tige Al–5Ti–B de 9,5 mm de diamètre la plus couramment utilisée a été largement utilisé pour la

coulée d'alliages d'aluminium dans l'industrie, ce qui donne ~100 ppm de Ti et 20 ppm de B dans le moulages finaux [95]. L'introduction de raffinements des grains peut réduire la taille des grains moulés à un niveau de 200 μm et rendre les alliages d'aluminium plus coulables. Cependant, le mécanisme exact du raffinage des grains n'est pas encore clair, bien que plusieurs mécanismes possibles aient été proposés depuis 1945, lorsque des raffineurs de grains Al-Ti-B ont été découverts [94, 96].

La nucléation hétérogène est beaucoup plus courante que la nucléation homogène lors de la solidification de l'aluminium car il y a toujours des impuretés présentes sous forme de parois de récipient et de particules contaminantes dans le liquide. La nucléation hétérogène est également plus courante en général en raison du fait qu'elle est plus favorable sur le plan énergétique que la nucléation homogène, car l'énergie interfaciale entre la nouvelle phase solide et l'ancienne phase liquide est plus faible pour la nucléation hétérogène (en raison de la plus petite surface de la calotte sphérique au contact du liquide) [97].

L' Al_3Ti a la structure cristalline D0_{22} . Cette structure est l'une des longues structures périodiques dérivées de la structure L1_2 , et L1_2 est une structure régulière typique basée sur FCC. En introduisant une limite antiphase (APB) avec le vecteur $1/2[001]$ sur la face No. M (001), les longues structures périodiques peuvent être construites. Alors pour D0_{22} , $M=1$, $(c/a)\approx 2$; for D0_{23} , $M=2$, $(c/a)\approx 4$... comme indiqué sur la Figure 2.25. Tous les éléments du groupe IVB et VB, y compris Sc, peuvent former les intermétalliques Al_3M avec des structures D0_{22} ou D0_{23} [98].

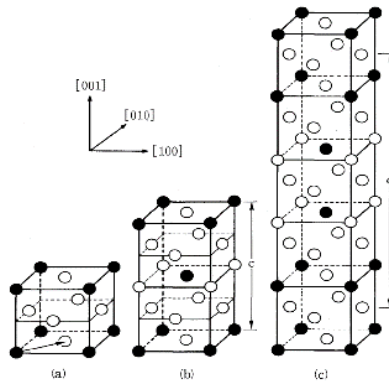


Figure 2.25 La structure de LI₂-type, D0₂₂-type et D0₂₃-type [98].

On pense que l' Al_3Ti peut avoir 3 morphologies différentes en fonction de l'historique de température de l'alliage maître. Le refroidissement rapide d'une solution saturée à haute température forme des formes de pétales; un refroidissement lent à haute température produit des plaques; et les réactions chimiques à basse température produisent un cristal Al_3Ti "en bloc". Il a été constaté que la réponse de raffinement des grains de l'alliage dépend de la morphologie de l'aluminiure de titane [99, 100]. Les cristaux en blocs ont tendance à agir rapidement, mais leur effet s'estompe rapidement. Les structures en pétales et en flocons agissent plus lentement, mais leur efficacité d'affinage des grains s'améliore avec le temps et dure plus longtemps. La structure en blocs est la plus importante sur le plan commercial pour les producteurs d'aluminium qui effectuent des ajouts de raffineur de grains sous forme de tige lorsqu'un raffineur de grain à action rapide est requis; cependant, la structure en forme de plaque plus durable est préférée lorsque des ajouts au four sont effectués [93]. Les structures cristallographiques des trois formes sont similaires, comme le montre la Figure 2.25. Elles se forment toutes et se développent le long de (100) plans, empilées en différentes morphologies en fonction de la vitesse de refroidissement. Les plans cristallins prédominants en contact avec le métal liquide sont les (100) et (110) avec une bonne correspondance avec certaines orientations en Al qui sont des substrats de nucléation efficaces pour l'aluminium solide.

Une représentation schématique du processus de nucléation et de croissance est donnée sur

la Figure 2.26(d). La réaction péritectique: $L + Al_3Ti \rightarrow Solid$, à des températures supérieures au point de fusion de l'aluminium pur, a une influence particulière sur la vitesse de croissance des noyaux d'aluminium solides. Peu de temps après l'ajout d'un alliage maître, un champ de diffusion se formera autour des particules d' Al_3Ti . La teneur en titane dans le métal liquide près de la surface de l' Al_3Ti est beaucoup plus élevée que la concentration loin de la particule. Le titane élève le point de fusion du métal et l' Al_3Ti est un nucléant extrêmement efficace. Ainsi, lorsque le métal est refroidi, de l'aluminium solide se forme à la surface des particules d' Al_3Ti à des températures supérieures au point de fusion du métal en vrac. Ensuite, la croissance supplémentaire devient limitée par la diffusion de titane à partir d' Al_3Ti parce que la particule Al_3Ti est recouverte par la coque en aluminium solide. Une croissance dendritique normale est difficile à réaliser car le noyau métallique solide est toujours au-dessus de la température de croissance du métal en vrac [99, 100].

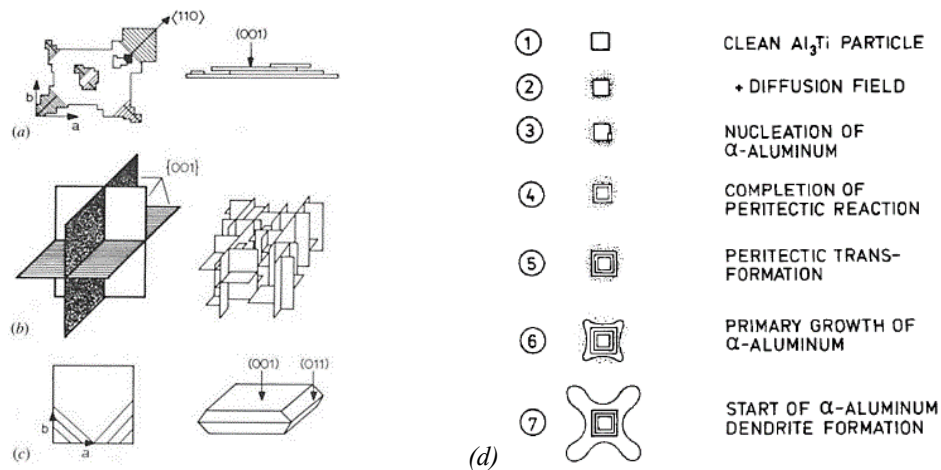


Figure 2.26 Dessins schématiques des différentes morphologies présentées par les cristaux d' Al_3Ti : (a) cristaux en forme de flocons, (b) cristaux en forme de pétales et (c) cristaux en blocs; (d) procédé de solidification dans des échantillons d'aluminium à grains affinés avec du titane. Les états 1 à 7 représentent les stades progressifs trouvés pendant le refroidissement [93].

Il a été démontré que le sous-refroidissement constitutionnel entraînant la croissance dans

un système d'alliages multicomposants est lié à la composition de l'alliage. Le paramètre utilisé pour décrire l'influence de la composition de l'alliage sur la croissance s'appelle le facteur de restriction de croissance, Q (en un autre mot, le facteur de croissance, X) qui peut être dérivé du diagramme de phase correspondant du système [94].

$$Q = 1/X = \sum_i m_i (k_i - 1) C_{0,i} \quad (2.1)$$

Où m est le taux de variation du point de fusion (la pente du liquidus, en °C/wt.%), k est le coefficient de partage à l'équilibre de l'élément (concentration en solide divisée par concentration en liquide) et C_0 la concentration de l'élément d'alliage, i , dans l'alliage. Le paramètre de surfusion connexe, $P = Q/k$ [101] est également utilisé, mais il semble qu'il soit moins applicable dans de nombreuses situations. Ils peuvent être déduits du diagramme de phase correspondant du système, comme annoté sur la Figure 2.27.

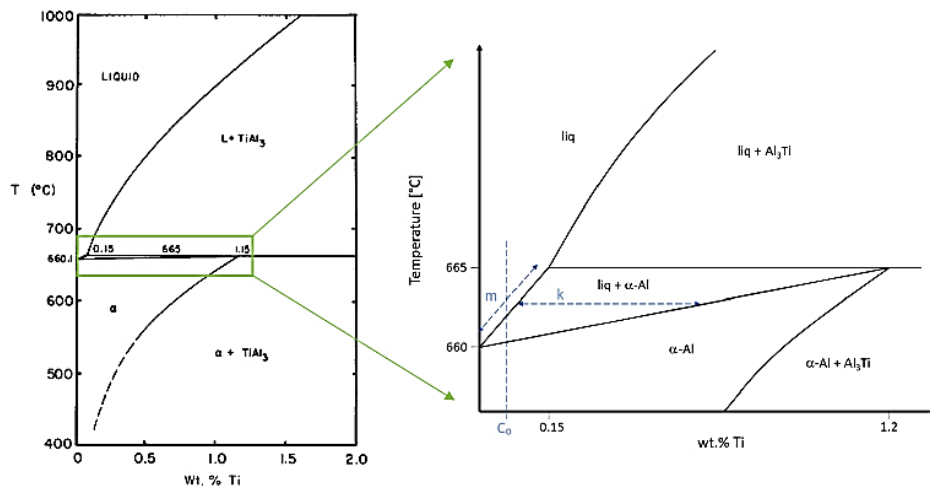


Figure 2.27 Diagramme de phases Al-Ti montrant une réaction péritectique d'aluminium liquide et d' Al_3Ti pour former α -Al [102].

Certaines données sont répertoriées dans le Tableau 2.8. D'après le tableau, il est clair qu'avec la même concentration, l'addition de titane fournit une restriction de croissance significativement plus importante dans l'aluminium que tout autre élément d'alliage courant. En outre, le titane peut être ajouté à des concentrations plus faibles que tout autre élément tout en acquérant la même restriction de croissance. De petits changements dans la

concentration de titane équivalent à de grands changements dans la restriction de croissance et par la suite le taux de croissance.

Tableau 2.8 Données requises pour calculer le facteur de restriction de croissance, Q , et le paramètre de surfusion, P , pour les alliages d'aluminium binaires. La magnitude relative de Q et P des différents solutés peut être comparée en utilisant les données dans les colonnes $m(k-1)$ et $m(k-1)/k$ respectivement [103].

Element	k	m	max. conc. (wt%)	$m(k-1)$	$m(k-1)/k$
Ti	7.8	33.3	0.15	~220	~30
Ta	2.5	70	0.10	105	42
V	4.0	10.0	~0.1	30.0	7.5
Hf	2.4	8.0	~0.5	11.2	4.7
Mo	2.5	5.0	~0.1	7.5	3.0
Zr	2.5	4.5	0.11	6.8	2.7
Nb	1.5	13.3	~0.15	6.6	4.4
Si	0.11	-6.6	~12.6	5.9	53.7
Cr	2.0	3.5	~0.4	3.5	1.8
Ni	0.007	-3.3	~6	3.3	4714
Mg	0.51	-6.2	~3.4	3.0	5.9
Fe	0.02	-3.0	~1.8	2.9	145
Cu	0.17	-3.4	33.2	2.8	16.5
Mn	0.94	-1.6	1.9	0.1	0.1

Recherches récentes [96] ont rapporté que le raffinement du grain de l'aluminium en ajoutant des alliages maîtres Al-5Ti-B passe par la formation d'une couche dynamique d' Al_3Ti à la surface des particules de borure (l'interface Al_3Ti /borure s'est révélée cohérente). La concentration de titane doit être maintenue à un certain niveau qui non seulement peut former des couches dynamiques d' Al_3Ti lors de la solidification, mais peut également éviter l'agglomération ou la croissance d' Al_3Ti . La couche dynamique, par nature, n'aura qu'une ou deux atomes d'épaisseur. TiB_2 réagira avec l'aluminium pour former une solution solide $(\text{Ti},\text{Al})\text{B}_2$ conduisant à la libération constante de titane dans l'aluminium pour maintenir une couche dynamique d' Al_3Ti en présence de titane et de bore excédentaire par rapport à la stoechiométrie du TiB_2 lorsqu'un Al-Ti-B un alliage maître est ajouté. TiB_2 favorise la formation d'une couche d' Al_3Ti à travers une interface de cohérence et la libération constante de titane par la formation de solution solide $(\text{Ti},\text{Al})\text{B}_2$.

Le raffineur de grains peut induire une structure dendritique en colonnes ou équiaxe, tandis qu'une faible surchauffe (ou un temps de solidification court) produit généralement des morphologies de grains ressemblant à des rosettes ou non dendritiques [104, 105].

Selon les expériences [93], il apparaît que Cu, Si et Zn dans l'aluminium empoisonnent l'efficacité d' Al_3Ti en tant que nucléant, mais favorisent le rôle de $(\text{Al},\text{Ti})\text{B}_2$. Les éléments de transition comme V, Zr, Sc et Mo semblent faire le contraire qui empoisonne l'action des borures dans l'aluminium [106-110]. Dans les alliages à haute teneur en Si comme les alliages 356/319, les niveaux de Ti sont suggérés comme étant inférieurs ou proches de 0,10 wt.% [111].

2.3.4 V

En tant qu'élément du groupe 5B, le vanadium devrait être un diffuseur extraordinairement lent en $\alpha\text{-Al}$, beaucoup plus lent que Sc et ses éléments voisins du groupe 4B Ti, Zr ou Hf. En raison de sa faible diffusivité et de sa solubilité dans les alliages d'aluminium, le V est connu pour améliorer la résistance à haute température des alliages d'aluminium en formant des dispersoïdes contenant du V thermiquement stables [112, 113]. Semblable aux systèmes péritectiques tels que les alliages Al-Zr, la solidification péritectique du système Al-V a eu tendance à séparer et à enrichir les atomes de vanadium dans les centres de dendrite pendant la solidification et par la suite un plus grand nombre de dispersoïdes dans les centres de cellules de dendrite [114].

Les dispersoïdes binaires contenant du V intitulés Al_{11}V (Cubic, $\text{Fd}\bar{3}\text{m}$, $a = 1.4568 \text{ nm}$) ou Al_{21}V_2 (Cubic, $\text{Fd}\bar{3}\text{m}$, $a = 1.4492 \text{ nm}$) peuvent se produire dans certains alliages spécifiques généralement à faible teneur en Si dans des conditions appropriées [112, 115]. Une augmentation significative de la résistance à la recristallisation pendant le recuit post-déformation et une meilleure résistance à haute température dans les alliages 7150 ($\text{Al}6.3\text{Zn}2.2\text{Mg}2.3\text{Cu}0.16\text{Si}$) ont été rapportées avec une addition de 0,1~0,2wt.% V en présence d'un grand nombre de dispersoïdes Al_{21}V_2 [112], comme le montre la Figure 2.28.

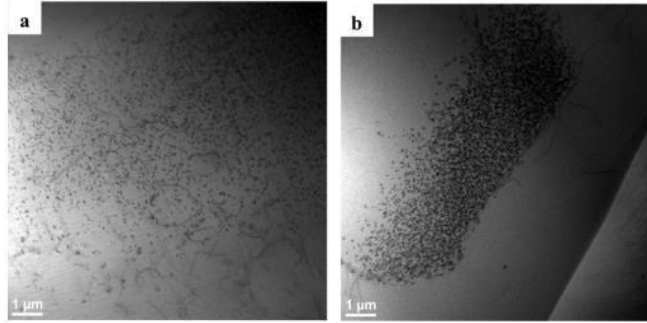


Figure 2.28 Distribution de dispersoïdes contenant du V dans un alliage 7150 + 0,19 V: (a) distribution normale dans la cellule de dendrite et (b) distributions en forme de bande et non uniformes à certains endroits [112].

L'ajout de 0,1~0,15wt.% V peut généralement améliorer les propriétés globales de l'alliage Al-Si (3xx) eutectique, y compris la résistance, l'allongement, la résistance à l'usure et le CRSS (contrainte de cisaillement résolu critique), en particulier dans un état extrudé en raison de la fin α -Al(Fe,V)Si dispersoïdes [116, 117]. Dans les alliages 6xxx, une addition de 0,1 wt.% V a accéléré la cinétique de précipitation des précipités β' et β'' et conduit à la formation de dispersoïdes AlFeMnVSi. L'effet de V comme inhibiteur de recristallisation a été clairement observé. Cependant, au contraire, les ajouts de V aux alliages 6063 (Al0.6Mg0.4Si0.05Mn) ont généralement un effet néfaste sur la limite d'élasticité et la résistance maximale à la traction, ne montrant qu'un effet bénéfique pour certaines conditions spécifiques [115].

Bien que l' Al_3V ne soit pas considéré comme étant en équilibre avec α -Al [114], les trialuminides $\text{L}_{12}\text{-Al}_3\text{V}_{1-x}\text{M}_x$ sont potentiellement plus stables thermiquement que l' Al_3Sc et l' Al_3Zr conventionnels. Il a été rapporté que les précipités $\text{Al}_3\text{Sc}_{1-x}\text{V}_x$ maintiennent le diamètre ~12-15nm même après un vieillissement isochrone à 500°C avec du V toujours sursaturé dans la matrice [113].

Les recherches sur l'effet de l'addition de V sur le renforcement des précipités d'Al-Cu sont encore limitées. Il est également rapporté que V favorise les précipitations θ' le long des joints de grains, mais augmente le taux de croissance de θ' dans la matrice Al [118]. Bien

que l'ajout de V puisse augmenter la taille moyenne des grains d'un alliage d'Al à haute teneur en Cu [119], il a tendance à affiner le grain de l'alliage Al-(Mg)-Si [115-117]. En tant que raffineur de grains, le vanadium est plutôt inefficace par rapport aux raffineurs de grains normaux tels que le titane et le zirconium [53, 120]. L'addition de vanadium a été approuvée pour évoquer le raccourcissement de la longueur des particules en forme d'aiguille à base de Fe comme correcteur de fer dans les alliages coulés Al-Si [121].

2.3.5 Zr et Sc

Le renforcement par des précipités nanométriques de type $L1_2$ stables Al_3Sc et métastables Al_3M ($M = Zr, Li...$) qui peuvent maintenir leur cohérence avec la matrice à des températures élevées sont souvent appliqués dans les alliages d'aluminium corroyé [114, 122-124].

En plus de favoriser la formation de précipités de taille nanométrique cohérents, l'ajout de Sc et de Zr peut également modifier l'interface précipité-matrice, retardant la cinétique de grossissement du précipité de θ' , Q' , etc. et améliorant ainsi la stabilité thermique [125-128]. La relation d'orientation entre la matrice fcc α -Al, $L1_2$ - Al_3Zr et les précipités θ'/θ'' peut être écrite comme suit: $[001]_{Al} // [001]_{\theta'/\theta''} // \{001\}_{L1_2}$, $(001)_{Al} // (001)_{\theta'/\theta''} // \{001\}_{L1_2}$.

Par exemple, il est confirmé que Sc a tendance à se ségréger à l'interface α -Al / θ' avec une concentration maximale 10 fois plus élevée dans la matrice, ce qui inhibe efficacement le grossissement des précipités θ' [127]. En effectuant un traitement thermique approprié, tel que le traitement thermique de Rétrogression et de Re-vieillissement (RRA), le θ' dissous pourrait offrir plus de précurseurs d' Al_3Sc , d'autre part, la haute densité d' Al_3Sc uniformément distribuée pourrait servir de sites de nucléation hétérogènes pour θ' , comme le montre la Figure 2.29 [126]. L'énergie interfaciale est réduite et la diffusion de Cu est ralentie, en conséquence, la résistance grossière des précipités est considérablement améliorée.

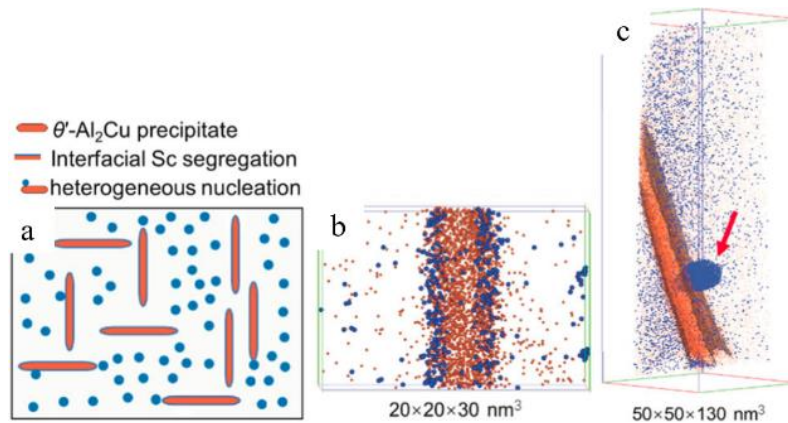


Figure 2.29 Schéma montrant l'interaction de Al_3Sc et des précipités θ' dans un alliage Al-Cu-Sc traité par RRA: (a) Microstructure. (b) Ségrégation Sc à l'interface $\alpha\text{-Al} / \theta'$. (c) θ' précipité nucléé sur les particules d' Al_3Sc [126].

Il a également été rapporté que les précipités d' Al_3Zr fournissent des sites de nucléation hétérogènes pour les précipités θ'' / θ' [82, 129]. Les précipités d' Al_3Zr peuvent être entourés de larges faces de précipités θ'' pour former des morphologies de précipités de type sandwich, ce qui peut réduire considérablement la déformation de cohérence (énergie de déformation élastique) et retarder la croissance des précipités θ'' ainsi que la transformation en semi-cohérent plaques θ' . D'un autre aspect, les atomes de Zr présentent une énergie de liaison de vide de soluté élevée de l'ordre de $0,24 \pm 0,02$ eV par rapport aux atomes de Cu ($0,0 \pm 0,12$ eV). Étant donné que la diffusion du soluté se produit par migration de vide, une énergie de liaison de soluté-vide Zr plus élevée ralentit la diffusion des atomes de Cu dans la matrice, retardant ainsi la croissance et le grossissement des précipités de θ'' et θ' [82, 129].

Il a été montré que la combinaison du soluté de formation eutectique Sc ($k_0 < 1$) et du soluté de formation péritectique ($k_0 > 1$) Zr peut éliminer les régions exemptes de précipité [130]. Dans l'alliage ajouté combiné Sc et Zr, les précipités L_{12} peuvent avoir un noyau riche en Sc avec une coque externe riche en Zr dans certaines conditions, montrant le contraste brillant associé à la coque comme indiqué sur la Figure 2.30, qui offre une meilleure résistance au grossissement que seulement Sc mais avec une densité numérique élevée,

compte tenu de la grande différence de vitesse de diffusion entre Sc et Zr [114, 131-133]. Cependant, le coût élevé du Sc et sa disponibilité limitée limitent son utilisation dans les alliages d'Al commerciaux [82].

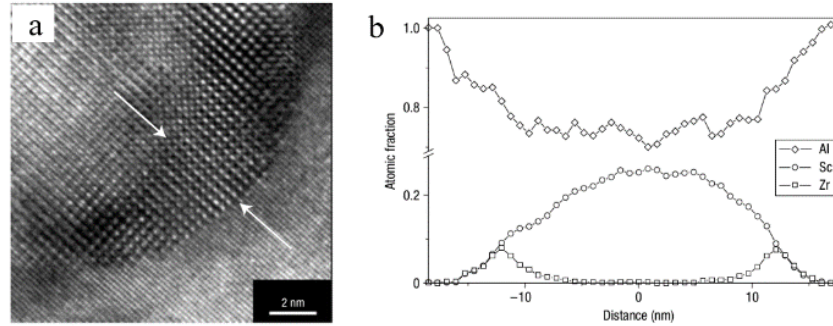


Figure 2.30 Image HAADF et analyse des précipités d' $\text{Al}_3\text{Zr}_x\text{Sc}_{1-x}$. (a) L'image HAADF d'une particule montre le contraste plus élevé de la région de la coquille entre les flèches, en raison de l'augmentation de la concentration des atomes de Zr plus lourds. (b) Le balayage linéaire EDS de la particule [131].

Cependant, l'existence d' Al_3Zr (L_{12}) métastable dans les alliages de fonderie Al-Si avec un taux de Si élevé (>3 wt.%) est très controversée et a rarement été observée, car on pense que le Si accélère la transformation d' Al_3Zr de L_{12} à stable. Structure D_{023} [134-138]. Il est largement admis que l'ajout de Zr dans les alliages Al-Si conduit généralement à la formation de dispersoïdes à l'équilibre en forme de bâtonnet $(\text{Al},\text{Si})_3\text{Zr}$ (D_{023}) [125, 139]. [140] ont rapporté que les intermétalliques $(\text{Al},\text{Si})_3\text{Zr}$ formés dans les alliages de coulée Al-(3-13)Si et sa structure cristalline sont similaires à $\text{D}_{023}\text{-Al}_3\text{Zr}$ (système tétragonal centré sur le corps) avec certains atomes d'Al substitués par Si dans la structure en treillis. En outre, des intermétalliques $(\text{Al},\text{Si})_2\text{Zr}$ formés dans des alliages Al-(14-60)Si avec une structure de réseau orthorhombique centrée sur les extrémités. L'ajout de 0,11% de Zr peut améliorer la propriété globale des alliages Al-Si, tandis que l'ajout de 0,46% de Zr est préjudiciable aux propriétés [140].

[120] ont observé les particules péritectiques primaires d' Al_3Zr près des centres de grains, conduisant au raffinement de la matrice $\alpha\text{-Al}$ dans l'alliage Al-7Si-3Cu-0.3Mg; V a un effet d'affinage du grain similaire en fournissant un sous-refroidissement constitutionnel plus

important, ce qui fait que certaines particules deviennent actives pour la nucléation de α -Al; L'addition combinée de V et de Zr donne le meilleur raffinement du grain, attribuable à l'accumulation de V dans et à l'augmentation de la densité numérique du trialuminide riche en Zr et à l'augmentation du sous-refroidissement constitutionnel.

Il a été démontré que l'addition de Sc et de Zr avait un effet néfaste important sur la précipitation des dispersoïdes α -Al(Mn,Fe)Si conduisant à une densité de nombre moindre et une taille plus grossière, bien qu'ils ne semblent pas être les éléments essentiels pour la formation de α -Al(Mn,Fe)Si dispersoïdes [124]. Cela pourrait être attribué au fait que l'ajout de Zr réduit la solubilité du Mn [141]. Une autre explication est que les précipités d' Al_3Zr peuvent également nucléer et consommer la phase α (hexagonale, $a = 0,670$ nm et $c = 0,808$ nm) qui est le précurseur des dispersoïdes α -Al(Mn,Fe)Si qui est semi-cohérent avec le réseau Al dans une $[100]_{\text{Al}}$ direction [91, 142].

2.3.6 Mo

Le Mo attire également l'attention des gens en tant que formateur dispersoïde dans les alliages de fonderie Al et les alliages corroyés récemment. La diffusivité de Mo dans Al est de $2,3 \times 10^{-26} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ à 300 °C, et la solubilité solide limitée dans Al est d'environ ~0,25 wt.% à la température péritectique 660 °C), qui diminue rapidement avec la température décroissante.

Le 0,10wt.% de Fe peut être entièrement consommé par 0,27 wt.% de Mo dans l'alliage A356 ($\text{Al}7\text{Si}0.5\text{Cu}0.3\text{Mg}$) pour former des phases α -Al(Fe,Mo)Si. YS, UTS et El à 300°C des alliages contenant du Mo ont été augmentés d'environ 25, 15 et 35% respectivement et sa propriété de fluage est également considérablement améliorée en raison de la formation de dispersoïdes α -Al(Fe,Mo)Si et de la modification des intermétalliques β -Fe [28].

A.R. Farkoos et. al. [143] ont étudié la combinaison de l'addition de Mo et de Mn sur la formation de dispersoïdes dans l' $\text{Al}-7\text{Si}-0.5\text{Cu}-0.3\text{Mg}$. La densité numérique des

dispersoïdes $\alpha\text{-Al(Fe,Mn,Mo)Si}$ augmente et la taille moyenne des dispersoïdes diminue avec l'augmentation de la teneur en Mn jusqu'à 0,5%. Puisque le coefficient de partage solide-liquide de Mo, $k_0 = C_S/C_L > 1$ tandis que Mn avec $k_0 = C_S/C_L < 1$, la combinaison Mo et Mn conduit à une distribution uniforme des dispersoïdes et à l'élimination de la DFZ, comme le montre la Figure 2.31. On peut voir que Mo est ségrégé dans le noyau d'Al dendrite tandis que Mn est ségrégé dans la région interdendritique. Mn remplace les atomes de Fe dans la structure de la phase dispersoïde $\alpha\text{-Al(Fe,Mo)Si}$. Les dispersoïdes dans différents alliages A356 contenant du Mn ont la formule stoechiométrique approximative de $\text{Al}_{22}(\text{Fe}_{1-3}\text{Mn}_{4-6}\text{Mo})\text{Si}_4$. Et leur structure cristalline ne change pas avec la teneur en Mn, juste avec une constante de réseau légèrement croissante. La diffusivité du Mn est de $6,24 \times 10^{-19} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ à 400°C , ce qui est ~ 10 fois plus faible que celle du Fe, $5,41 \times 10^{-18} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ à la même température. On rapporte que Mo ainsi que Mn (variant de 0,18% à 0,95%) ont peu d'influence sur le SDAS de l'alliage A356 tel que coulé [28, 143].

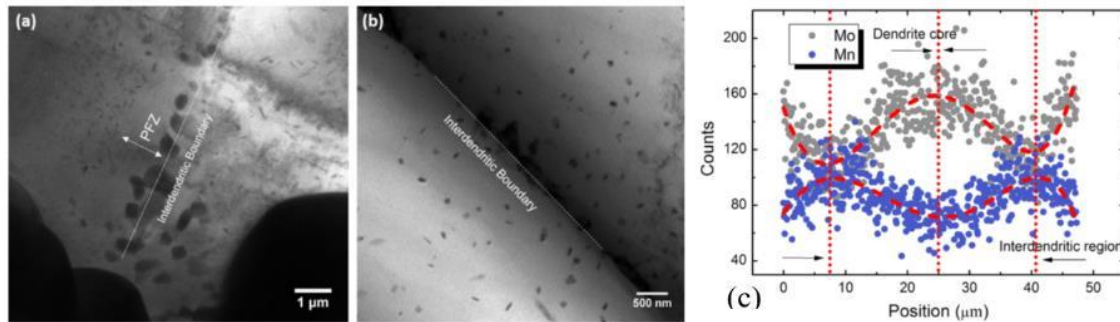


Figure 2.31 Distribution des dispersoïdes après 600 min de traitement en solution à 540°C dans les régions interdendritiques des alliages, montrant (a) un DFZ en A356 + 0,5Cu + 0,3Mo et (b) les présences des dispersoïdes dans une région interdendritique de A356 + 0,5Cu + 0,3Mo + 0,15Mn. (c) Balayage de ligne élémentaire EDS à travers une cellule de dendrite montrant les gradients de concentration de Mo et Mn (microségrégation) dans l'alliage A356 + 0,5Cu + 0,3Mo + 0,15Mn tel que coulé [143].

Les particules intermétalliques Al_{12}Mo formées en alliage Al-Mn-Mg 3004 avec une teneur en Mo supérieure à 0,35wt.% qui sont difficiles à dissoudre même à 600°C . La teneur

optimale en Mo est de 0,3% avec une taille de dispersoïde plus fine et une fraction volumique plus élevée [29]. On a observé que la fragmentation et la sphéroïdisation des particules eutectiques de Si ralentissaient avec l'addition de Mo pendant le traitement en solution dans les alliages Al-13%Si, ce qui entraînait de meilleures propriétés à température plus élevée pendant une exposition thermique à long terme [30].

2.4 Nucléation et cinétique grossière des précipités

La nucléation est un processus de réduction de l'énergie libre du système, et la possibilité de précipiter la phase précipitée à partir de la solution solide sursaturée dépend principalement de 3 parties, à savoir l'énergie libre chimique, l'énergie d'interface et l'énergie de déformation élastique. Le premier est la force motrice de la transformation de phase, tandis que les deux derniers entravent la transformation de phase [144]. La Figure 2.32 montre un diagramme schématic de l'énergie libre de Gibbs changeant avec la taille de la phase précipitée pendant le processus de nucléation de la phase précipitée en forme de bâtonnet. On peut voir que l'énergie libre de Gibbs a une valeur maximale avec la taille critique de nucléation de la phase précipitée. Ce n'est que lorsque la taille est supérieure à la taille critique de nucléation R_p^* que le noyau peut être stable.

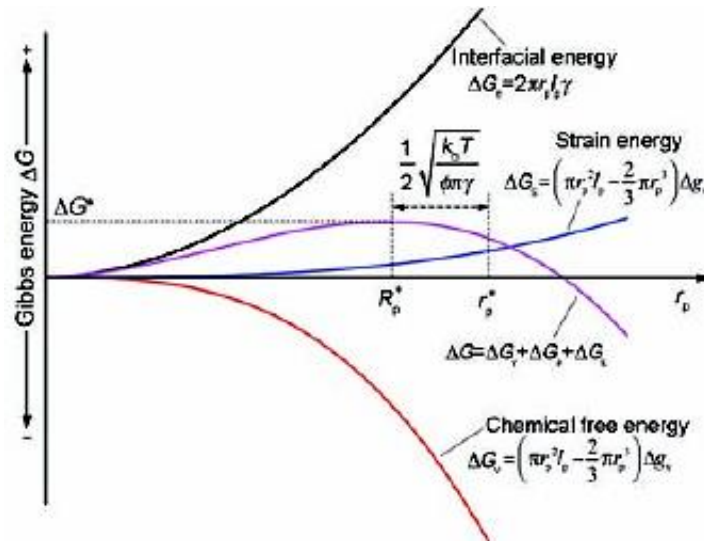


Figure 2.32 Représentation schématique de la variation de l'énergie libre de Gibbs avec le rayon du

précipité pendant le processus de nucléation (un exemple de particules en forme de bâtonnet) [145].

Selon la théorie classique de la nucléation, la nucléation est un processus dans lequel un noyau de précipité stable apparaît dans une solution solide sursaturée en raison des fluctuations locales des composants. Pour une nucléation homogène, la vitesse de nucléation est généralement exprimée par le modèle de nucléation KWN [144, 146]:

$$\frac{dN}{dt} = N_0 Z \beta^* \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{k_b T}\right) \exp\left(-\frac{\tau}{t}\right) \quad (2.2)$$

Où N est la densité de nucléation; N_0 est la densité volumique effective des sites de nucléation en solution solide; Z et β^* sont respectivement le facteur de Zeldovich et le taux de condensation des atomes de soluté dans un groupe de taille critique; $\Delta G^* = \frac{16\pi\gamma^3}{3\Delta G_v}$ est l'énergie critique d'activation de nucléation, c'est-à-dire l'énergie nécessaire pour former un noyau de taille critique de nucléation R_p^* ; k_b est la constante de Boltzmann; T est la température de vieillissement; $\exp(-\tau/t)$ est utilisé pour impliquer le temps d'incubation de la nucléation, où $\tau = 2/(\pi\beta^*Z^2)$; et t est le temps de vieillissement.

Pour les alliages Al à haute température, les phases de durcissement doivent être stables et ne pas se transformer en les autres phases indésirables lors d'une exposition de longue durée à la température appliquée. Selon la théorie de Lifshitz et Slyozov et Wagner (théorie LSW) du grossissement contrôlé par diffusion pour les dispersions diluées de particules binaires sphériques en négligeant l'énergie de déformation, la taille moyenne du précipité devrait augmenter avec le temps conformément à la relation [122, 147, 148]

$$\bar{r}^3 - r_0^3 = \alpha_{LSW} \Delta t \quad (2.3)$$

où \bar{r} est le rayon moyen des particules, et α_{LSW} représente la constante de vitesse donnée par [148, 149]

$$\alpha_{LSW} = \frac{8c_\alpha(1-c_\alpha)\gamma D V_m}{9RT(c_\beta - c_\alpha)^2} \quad (2.4)$$

où, c_α est la solubilité atomique solide de l'élément pertinent dans la matrice Al, c_β est la solubilité stoechiométrique de l'élément dans la phase de précipitation, γ est l'énergie interfaciale moyenne du précipité, D est la diffusivité du soluté contrôlant la vitesse, V_m est le volume molaire de la phase dispersée, R est la constante du gaz idéal et T est la température absolue. Ainsi, la phase dispersée idéale doit avoir une limite de solubilité, une énergie interfaciale et une diffusivité faibles, c'est-à-dire une faible $c_\alpha \gamma D$, pour empêcher le sur-vieillissement dû à la diffusion en vrac à la température d'application.

En tant qu'extension de la théorie LSW, le modèle de Kuehmann–Voorhees (KV) a été développé pour calculer la constante grossière qui traite des systèmes ternaires et plus composants. La constante de grossissement selon le modèle KV est donnée par [130, 150]

$$\alpha_{kv} = \frac{8\gamma V_m}{9RT[\sum c_i^\alpha(1-k_i)^2/D_i]} \quad (2.5)$$

où, k_i est le coefficient de distribution du $i^{\text{ème}}$ élément entre la phase matrice (α) et dispersoïde (β), soit $k_i = c_i^\beta / c_i^\alpha$.

Les diffusivités D des solutés dans α -Al peuvent être calculées par une relation d'Arrhenius [114]:

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2.6)$$

où Q est l'enthalpie d'activation pour la diffusion du soluté et D_0 est le facteur pré-exponentiel. Certaines données de diffusion des précipitations et dispersoïdes couramment utilisés induisant des éléments de transition sont résumées dans le Tableau 2.9.

Tableau 2.9 Données de diffusion calculées pour les solutés de métaux de transition dans α -Al.

Solutes in α -Al	Al	Sc	Ti	V	Mn	Fe	Cu	Zr	Mo
Pre-exponential, D_0 $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$	1.37E-05	5.31E-04	1.12E-01	1.60E+00	8.70E-03	7.70E-01	6.54E-05	7.28E-02	1.40E-03
Activation enthalpy, Q kJ mol^{-1}	1.24E+02	1.73E+02	2.60E+02	3.03E+02	2.08E+02	2.21E+02	1.36E+02	2.42E+02	2.50E+02
Diffusivity at 200°C, D $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$	2.77E-19	4.16E-23	2.17E-30	5.52E-34	9.30E-26	3.02E-25	6.25E-20	1.37E-28	3.44E-31
Diffusivity at 300°C, D $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$	6.80E-17	8.99E-20	2.22E-25	3.82E-28	9.50E-22	5.49E-21	2.61E-17	6.32E-24	2.27E-26
Diffusivity at 400°C, D $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$	3.25E-15	1.98E-17	7.39E-22	4.85E-24	6.24E-19	5.41E-18	1.82E-15	1.20E-20	5.52E-23

2.5 Renforcement des modèles de renforcement des demandes

En raison de la différence dans les caractéristiques de taille et de déformation des phases précipitées dans la matrice, il existe généralement deux types de mécanismes de renforcement par précipitation à température ambiante, à savoir le mécanisme de coupe de particules (cisaillement) et le mécanisme de contournement (boucle) d'Orowan [151]. Au stade précoce du vieillissement, les tailles des phases précipitées sont assez petites, et elles restent cohérentes avec la matrice, dans laquelle le mouvement de dislocation par découpage des particules joue un rôle majeur. Avec la prolongation du temps de vieillissement, les phases précipitées continuent de croître, et l'effet gênant sur la dislocation est renforcé, faisant glisser les dislocations en contournant la phase précipitée, il y a donc une taille critique r_p^c que le mécanisme se transforme à partir de le mécanisme de passage au mécanisme de dérivation, comme illustré à la Figure 2.33.

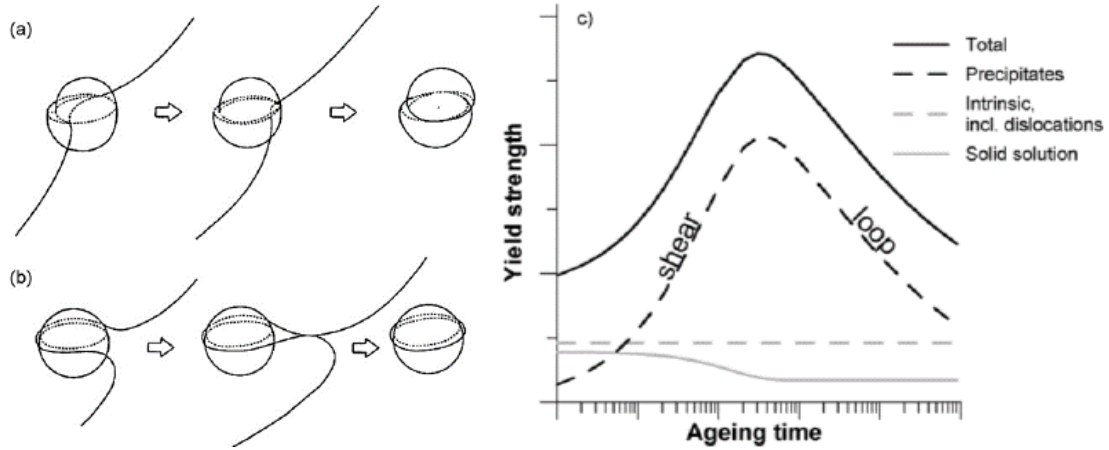


Figure 2.33 Luxations passant un précipité par a) cisaillement et b) bouclage (mécanisme Orowan). c) illustration des différentes contributions de la résistance à la limite d'élasticité totale [152].

La Figure 2.34 montre l'interaction entre les dislocations et les phases précipitées. ψ_c représente l'angle critique requis par la ligne de dislocation mobile pour surmonter la phase précipitée. La taille de cet angle est liée à la taille de la phase précipitée. On pense généralement que lorsque $120^\circ \leq \psi_c \leq 180^\circ$, la dislocation traverse la phase précipitée (Particules facilement déformables, obstacle faible), et lorsque $0 \leq \psi_c < 120^\circ$, les dislocations contournent la phase précipitée (Particules difficilement déformables, fortes obstacle). Selon l'équation de contrainte de cisaillement critique et le principe d'équilibre, la formule suivante peut être obtenue:

$$\tau_c = \frac{\Gamma}{bR_c} \quad (2.7)$$

$$F = 2\Gamma \cos\left(\frac{\psi_c}{2}\right) \quad (2.8)$$

où, τ_c est la contrainte de cisaillement critique, Γ est la tension de la ligne de dislocation, R_c est le rayon de courbure de la ligne de dislocation, b est la valeur du vecteur de Burgers, et F est la force moyenne des phases de précipitation. En considérant la relation entre l'espacement effectif des particules de phase de précipitation L_F et le rayon de courbure de la ligne de dislocation R_c sur la surface de glissement: $L_F = 2R_c \sin(\theta_c/2) = 2R_c \cos(\psi_c/2)$, donc

$$\tau_c = \frac{F}{bL_F} \quad (2.9)$$

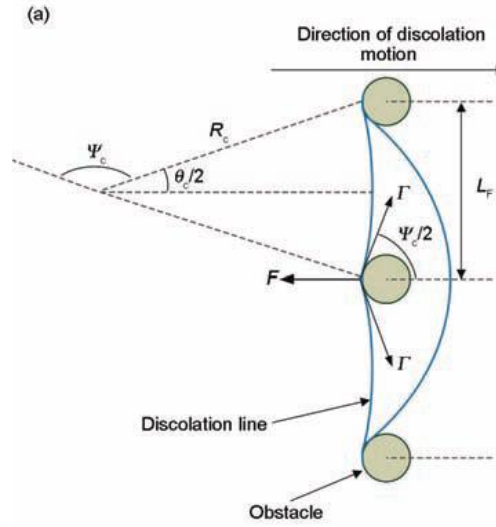


Figure 2.34 Représentation schématique de la force d'équilibre entre un précipité et une dislocation [145].

Le cisaillement des précipités, le contournement des précipités par boucle de dislocation ou une combinaison de ces deux mécanismes peuvent être généralement utilisés pour expliquer le durcissement des alliages renforcés par précipitation à gros grains non durcis par déformation à température ambiante [153].

Pour les précipités cohérents de petites tailles, le renforcement est contrôlé par le mécanisme de cisaillement, où une dislocation coupe et contourne le précipité. Le renforcement du précipité a trois contributions principales: (1) la discordance de module, (2) la discordance de réseau, et (3) le renforcement d'ordre.

L'incrément de résistance dû au renforcement du module, $\Delta\sigma_{MMS}$, causé par le décalage entre les modules de cisaillement de la phase précipitée et de la matrice d'aluminium est donné par [154]

$$\Delta\sigma_{MMS} = M \cdot 0.0055(\Delta G)^{\frac{3}{2}} \left(\frac{2f}{G}\right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{r}{b}\right)^{\frac{3m}{2}-1} \quad (2.10)$$

où $M = 3,06$ est le facteur d'orientation de la matrice, ΔG est le décalage de module entre la matrice et les précipités (supposé avoir la même rigidité, 68 GPa), f est la fraction volumique du précipité, G est le module de cisaillement de Al (25.4 GPa à 24 °C), b est

la grandeur du vecteur de Burgers pour les dislocations $1/2\langle 110 \rangle_{Al}$ sur le plan de glissement $\{111\}_{Al}$ (0,286 nm), et $m = 0,85$ est une constante [153].

Le renforcement de l'inadéquation (cohérence) du réseau est dû aux interactions déformation-champ entre un précipité cohérent et une dislocation. L'incrément de résistance dû au renforcement de l'inadéquation du réseau, $\Delta\sigma_{LMS}$, est donné par [154]

$$\Delta\sigma_{LMS} = M \cdot \chi(\varepsilon G)^{\frac{3}{2}} \left(\frac{2rf}{Gb} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.11)$$

où $\chi = 2,6$ pour les métaux cubiques à faces centrées (fcc), ε est le paramètre de réseau inadapté, $\varepsilon \approx (2/3)\delta$, avec $\delta = \Delta a/a$ comme paramètre de réseau de température ambiante inadapté, r est le rayon moyen du précipité.

Le renforcement de l'ordre est dû à la formation d'une frontière antiphase (APB), qui se produit lorsqu'une dislocation de matrice cisaille un précipité ordonné. L'incrément de force dû au renforcement d'ordre, $\Delta\sigma_{os}$, est donné par [154]

$$\Delta\sigma_{os} = M \cdot 0.81 \frac{\gamma_{apb}}{2b} \left(\frac{3\pi f}{8} \right)^{1/2} \quad (2.12)$$

où, γ_{apb} est l'énergie APB de la phase précipitée.

L'incrément de résistance $\Delta\sigma_{shear}$, qui est attribué au mécanisme de cisaillement, est considéré comme la valeur maximale des mésappariements de module et de réseau ou le renforcement d'ordre ($\Delta\sigma_{shear} = \max\{(\Delta\sigma_{os}), (\Delta\sigma_{MMS} + \Delta\sigma_{LMS})\}$).

Le mécanisme de contournement d'Orowan est généralement applicable pour les précipités qui ont des tailles relativement grandes. La contribution à la limite d'élasticité $\Delta\sigma_{Orowan}$ des différentes phases due à ce mécanisme est déterminée comme suit.

Pour les dispersions aléatoires de particules sphériques [153, 155],

$$\Delta\sigma_{Orowan} = M \cdot \frac{0.4Gb}{\pi\lambda\sqrt{1-\nu}} \ln \left(\frac{2\bar{r}}{b} \right) \quad (2.13)$$

Où, $\nu = 0,345$ est le coefficient de Poisson de Al, $\bar{r} = \sqrt{2/3} r$ est le rayon moyen d'une section transversale circulaire dans un plan aléatoire pour un précipité sphérique, et λ est l'espacement inter-précipité

$$\lambda = \left[\left(\frac{3\pi}{4f} \right)^{1/2} - 1.64 \right] r \quad (2.14)$$

Pour application sur $\langle 100 \rangle$ particules en forme de bâtonnet orientées (β') de diamètre effectif D_r et de longueur l_r ($\gg D_r$) [16, 156],

$$\Delta\sigma_{\beta'} = M \cdot \frac{Gb}{2\pi\sqrt{1-\nu}} \left(\frac{1}{\left(\frac{1.0750 \times 1.1663}{\sqrt{f}} - 1.316 \right) D_r} \right) \ln \frac{1.316 D_r}{b} \quad (2.15)$$

Pour l'application aux $\{100\}$ particules en forme de plaque (θ') de diamètre $d_{t\theta'}$ et d'épaisseur $t_{\theta'}$ ($\ll d_{t\theta'}$) [157],

$$\Delta\sigma_{\theta'} = M \cdot \frac{Gb}{2\pi\sqrt{1-\nu}} \left(\frac{1}{1.23 \frac{1.030}{\sqrt{N_v d_{t\theta'}}} - \frac{\pi d_{t\theta'}}{8} - 1.061 t_{\theta'}} \right) \ln \frac{0.981 \sqrt{d_{t\theta'} t_{\theta'}}}{b} \quad (2.16)$$

L'effet de renforcement du cisaillement et les mécanismes de contournement d'Orowan sont pertinents pour la fraction volumique des précipités, qui augmentent avec l'augmentation de la fraction volumique des particules. Cependant, la différence est que l'effet du mécanisme de cisaillement augmente avec une plus grande taille de particule, tandis que l'effet du mécanisme de contournement d'Orowan diminue avec une plus grande taille de particule.

L'incrément de résistance total dû à la structure de précipité mixte cisailable et non cisailable est déterminé en utilisant la loi de superposition ad hoc [158]. Les résultats du modèle de cisaillement et du modèle Orowan combinés à une loi d'addition exponentielle avec un exposant de 1,4 se sont avérés donner le meilleur ajustement empirique pour les combinaisons de particules fortes et faibles. Ainsi, l'augmentation totale prévue de la résistance au cisaillement due à la présence de précipités est donnée comme [159]

$$\Delta\tau_T^{1.4} = \Delta\tau_{Shear}^{1.4} + [(\Sigma \Delta\tau_{Orowan}^2)^{0.5}]^{1.4} \quad (2.17)$$

Cependant, à température élevée, la dislocation peut contourner les précipités en grimpant en raison d'une énergie thermique suffisante. Le mécanisme de montée de dislocation peut devenir actif lorsqu'il est déformé à une température élevée avec de faibles taux de

déformation parce que la diffusion des lacunes devient significative à une température supérieure à $0,5T_m$ [155, 160]. Les composants de la réaction élastique sont dus à une discordance de réseau et à une discordance de module. En conséquence, l'incrément de résistance causé par le renforcement de la montée par dislocation est la somme de l'inadéquation du réseau et du renforcement de l'inadéquation du module ($\Delta\sigma_{climb} = \Delta\sigma_{LMC} + \Delta\sigma_{MMC}$).

Références

1. J. G. Kaufman. *Introduction to aluminum alloys and tempers*, ASM international, 2000
2. F. C. Campbell Jr. *Manufacturing technology for aerospace structural materials*, Elsevier, 2011
3. M. Javidani, D. Larouche, X. Grant Chen. Metallurgical and Materials Transactions A. **47**, 4818-4830 (2016).
4. M. Javidani, D. Larouche. Int. Mater. Rev. **59**, 132-158 (2014).
5. G. Thomas. J. Inst. Metals. **90**, 57-62 (1961).
6. I. Dutta, S. Allen. Journal of Materials Science Letters. **10**, 323-326 (1991).
7. R. Vissers, M. A. van Huis, J. Jansen, H. W. Zandbergen, C. D. Marioara, S. J. Andersen. Acta Materialia. **55**, 3815-3823 (2007).
8. A. G. Frøseth, R. Høier, P. M. Derlet, S. J. Andersen, C. D. Marioara. Physical Review B. **67** (2003).
9. P. H. Ninive, A. Strandlie, S. Gulbrandsen-Dahl, W. Lefebvre, C. D. Marioara, S. J. Andersen *et al.* Acta Materialia. **69**, 126-134 (2014).
10. G. A. Edwards, K. Stiller, G. L. Dunlop, M. J. Couper. Acta materialia. **46**, 3893-3904 (1998).
11. K. Matsuda, Y. Sakaguchi, Y. Miyata, Y. Uetani, T. Sato, A. Kamio *et al.* Journal of Materials Science. **35**, 179-189 (2000).
12. W. Yang, M. Wang, R. Zhang, Q. Zhang, X. Sheng. Scripta Mater. **62**, 705-708 (2010).
13. S. J. Andersen, C. D. Marioara, A. Frøseth, R. Vissers, H. W. Zandbergen. Materials Science and Engineering: A. **390**, 127-138 (2005).
14. C. D. Marioara, S. J. Andersen, J. Jansen, H. W. Zandbergen. Acta Materialia. **51**, 789-796 (2003).

15. S. Roy, L. F. Allard, A. Rodriguez, T. R. Watkins, A. Shyam. Metallurgical and Materials Transactions A. **48**, 2529-2542 (2017).
16. S. Roy, L. F. Allard, A. Rodriguez, W. D. Porter, A. Shyam. Metallurgical and Materials Transactions A. **48**, 2543-2562 (2017).
17. D. J. Chakrabarti, D. E. Laughlin. Progress in Materials Science. **49**, 389-410 (2004).
18. F. Li, S. Chen, K. Chen, L. Huang. Journal of Alloys and Compounds. **819** (2020).
19. K. Chen, C. Liu, J. Yang, P. Ma, L. Zhan, M. Huang *et al.* Materials Science and Engineering: A. **769** (2020).
20. C. D. Marioara, S. J. Andersen, T. N. Stene, H. Hasting, J. Walmsley, A. T. J. Van Helvoort *et al.* Philosophical Magazine. **87**, 3385-3413 (2007).
21. M. Torsæter, W. Lefebvre, C. D. Marioara, S. J. Andersen, J. C. Walmsley, R. Holmestad. Scripta Materialia. **64**, 817-820 (2011).
22. A study of the structural precipitation in the Al-Mg-Si-Cu system. *Proceedings of the 4th International Conference on Aluminum Alloys*, 1994
23. C. Cayron, L. Sagalowicz, O. Beffort, P. A. Buffat. Philosophical Magazine A. **79**, 2833-2851 (1999).
24. C. Cayron, P. A. Buffat. Acta Materialia. **48**, 2639-2653 (2000).
25. L. Ding, A. Orekhov, Y. Weng, Z. Jia, H. Idrissi, D. Schryvers *et al.* Journal of Materials Science. **54**, 7943-7952 (2019).
26. A. Biswas, D. J. Siegel, D. N. Seidman. Acta Materialia. **75**, 322-336 (2014).
27. M. Fiawoo, X. Gao, L. Bourgeois, N. Parson, X. Q. Zhang, M. Couper *et al.* Scripta Materialia. **88**, 53-56 (2014).
28. A. R. Farkoosh, X. Grant Chen, M. Pekguleryuz. Mater. Sci. Eng., A. **620**, 181-189 (2015).
29. K. Liu, H. Ma, X. G. Chen. J. Alloys Compd. **694**, 354-365 (2017).
30. L. Jin, K. Liu, X. G. Chen. J. Mater. Eng. Perform. (2020).

31. Developments and challenges for aluminum--A boeing perspective. *Materials Forum*, 2004
32. J. C. Williams, E. A. Starke. *Acta Materialia*. **51**, 5775-5799 (2003).
33. B. Verma, J. Atkinson, M. Kumar. *Bulletin of Materials Science*. **24**, 231-236 (2001).
34. H. Shi, E.-H. Han, F. Liu, S. Kallip. *Applied Surface Science*. **280**, 325-331 (2013).
35. M. Kendig, R. Buchheit. *Corrosion*. **59**, 379-400 (2003).
36. B. Hinton. *Journal of Alloys and Compounds*. **180**, 15-25 (1992).
37. H. Shi, F. Liu, E. Han. *Materials Chemistry and Physics*. **124**, 291-297 (2010).
38. T. Dursun, C. Soutis. *Materials & Design (1980-2015)*. **56**, 862-871 (2014).
39. S. Ringer, K. Hono. *Materials characterization*. **44**, 101-131 (2000).
40. Z. Shen, Q. Ding, C. Liu, J. Wang, H. Tian, J. Li *et al.* *Journal of Materials Science & Technology*. **33**, 1159-1164 (2017).
41. J. Silcock, T. Heal, H. Hardy. *J. Inst. Metals*. **82** (1954).
42. I. Zuiko, R. Kaibyshev. *Journal of Alloys and Compounds*. **759**, 108-119 (2018).
43. L. Bourgeois, C. Dwyer, M. Weyland, J.-F. Nie, B. C. Muddle. *Acta Materialia*. **59**, 7043-7050 (2011).
44. D. Vaughan, J. Silcock. *physica status solidi (b)*. **20**, 725-736 (1967).
45. D. G. Eskin. *Journal of Materials Science*. **38**, 279-290 (2003).
46. P. Merle, F. Fouquet. *Acta Metallurgica*. **29**, 1919-1927 (1981).
47. P. Merle, J. Merlin. *Acta Metallurgica*. **29**, 1929-1938 (1981).
48. D. Mitlin, J. Morris, V. Radmilovic. *Metallurgical and Materials Transactions A*. **31**, 2697-2711 (2000).
49. A. Cochard, K. Zhu, S. Joulié, J. Douin, J. Huez, L. Robbiola *et al.* *Materials Science and Engineering: A*. **690**, 259-269 (2017).
50. Structural changes on aging Al–Cu–Mg alloys. *Dokl Akad SSSR*, 1952

51. C. Li, G. Sha, J. Xia, Y. Liu, S. P. Ringer. *Materials Chemistry and Physics*. **193**, 421-426 (2017).
52. A. K. Gupta, P. Gaunt, M. C. Chaturvedi. *Philosophical Magazine A*. **55**, 375-387 (1987).
53. L. F. Mondolfo. *Aluminum alloys: structure and properties*, 2nd Revised edition edn Butterworth & Co Publishers Ltd, 1976
54. M. J. Styles, C. R. Hutchinson, Y. Chen, A. Deschamps, T. J. Bastow. *Acta Materialia*. **60**, 6940-6951 (2012).
55. H. PERLITZ, A. WESTGREN. *Arkiv Kemi Mineral Geol B*. **13**, 16 (1943).
56. A. Charai, T. Walther, C. Alfonso, A. M. Zahra, C. Y. Zahra. *Acta Materialia*. **48**, 2751-2764 (2000).
57. S. P. Ringer, T. Sakurai, I. J. Polmear. *Acta Materialia*. **45**, 3731-3744 (1997).
58. S. C. Wang, M. J. Starink. *Acta Materialia*. **55**, 933-941 (2007).
59. G. B. Winkelman, K. Raviprasad, B. C. Muddle. *Acta Materialia*. **55**, 3213-3228 (2007).
60. Z. Feng, Y. Yang, B. Huang, X. Luo, M. Li, Y. Chen *et al.* *Philosophical Magazine*. **93**, 1843-1858 (2013).
61. K. M. Knowles, W. M. Stobbs. *Acta Crystallographica Section B: Structural Science*. **44**, 207-227 (1988).
62. S. J. Kang, Y.-W. Kim, M. Kim, J.-M. Zuo. *Acta Materialia*. **81**, 501-511 (2014).
63. I. J. Polmear. *Nature*. **186**, 303-304 (1960).
64. B. C. Muddle, I. J. Polmear. *Acta Metallurgica*. **37**, 777-789 (1989).
65. M. Gazizov, R. Kaibyshev. *Materials Science and Engineering: A*. **702**, 29-40 (2017).
66. T. J. Bastow, C. R. Hutchinson, A. J. Hill. *Philosophical Magazine*. **92**, 2022-2031 (2012).

67. K. Hono, N. Sano, S. S. Babu, R. Okano, T. Sakurai. *Acta metallurgica et materialia*. **41**, 829-838 (1993).
68. B. Q. Li, F. E. Wawner. *Acta materialia*. **46**, 5483-5490 (1998).
69. C. Chih-Horng. Alloying Elements (Silver and Magnesium) on The Stress Corrosion Cracking and Thermal Stability of A201 Aluminum Alloy. PhD Thesis, National Central University, 2005.
70. L. Reich, M. Murayama, K. Hono. *Acta Materialia*. **46**, 6053-6062 (1998).
71. J. Rakhmonov, K. Liu, L. Pan, F. Breton, X. G. Chen. *Journal of Alloys and Compounds*. **827**, 154305 (2020).
72. T. K. Akopyan, N. A. Belov, N. V. Letyagin. *Jom*. **71**, 1768-1775 (2019).
73. A. Shyam, S. Roy, D. Shin, J. D. Poplawsky, L. F. Allard, Y. Yamamoto *et al.* *Materials Science and Engineering: A*. **765** (2019).
74. P. Shower, J. Morris, D. Shin, B. Radhakrishnan, J. Poplawsky, A. Shyam. *Materialia*. **6** (2019).
75. D. Shin, S. Roy, T. R. Watkins, A. Shyam. *Computational Materials Science*. **138**, 149-159 (2017).
76. D. Shin, A. Shyam, S. Lee, Y. Yamamoto, J. A. Haynes. *Acta Materialia*. **141**, 327-340 (2017).
77. P. Shower, J. R. Morris, D. Shin, B. Radhakrishnan, L. F. Allard, A. Shyam. *Materialia*. **5** (2019).
78. D. Shin, S. Lee, A. Shyam, J. A. Haynes. *Sci Technol Adv Mater*. **18**, 828-838 (2017)e-pub ahead of print 2018/01/31.
79. C. Wolverton. *Acta Materialia*. **55**, 5867-5872 (2007).
80. T. Hoshino, R. Zeller, P. H. Dederichs. *Physical Review B*. **53**, 8971 (1996).
81. D. Simonovic, M. H. F. Sluiter. *Physical Review B*. **79** (2009).
82. S. Kumar Makineni, S. Sugathan, S. Meher, R. Banerjee, S. Bhattacharya, S. Kumar *et al.* *Sci Rep*. **7**, 11154 (2017)e-pub ahead of print 2017/09/13.

83. J. Y. Hwang, H. W. Doty, M. J. Kaufman. *Philos. Mag.* **88**, 607-619 (2008).
84. J. Y. Hwang, H. W. Doty, M. J. Kaufman. *Materials Science and Engineering: A.* **488**, 496-504 (2008).
85. A. R. Farkoosh, M. Pekguleryuz. *Mater. Sci. Eng., A.* **621**, 277-286 (2015).
86. M. V. Kral. *Mater. Lett.* **59**, 2271-2276 (2005).
87. J. G. Zheng, R. Vincent, J. W. Steeds. *Philos. Mag. A.* **80**, 493-500 (2000).
88. Y. J. Li, L. Arnberg. *Acta Mater.* **51**, 3415-3428 (2003).
89. Y. Li, A. Muggerud, A. Olsen, T. Furu. *Acta Mater.* **60**, 1004-1014 (2012).
90. Z. Li, Z. Zhang, X. Chen. *Metals.* **8**, 155 (2018).
91. L. Lodgaard, N. Ryum. *Materials Science and Engineering: A.* **283**, 144-152 (2000).
92. D. G. McCartney. *International Materials Reviews.* **34**, 247-260 (1989).
93. M. M. Guzowski, G. K. Sigworth, D. A. Sentner. *Metallurgical and Materials Transactions A.* **18**, 603-619 (1987).
94. M. A. Easton, M. Qian, A. Prasad, D. H. StJohn. *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* **20**, 13-24 (2016).
95. X. Wang, Z. Liu, W. Dai, Q. Han. *Metallurgical and Materials Transactions B.* **46**, 1620-1625 (2014).
96. X. Wang, Q. Han. Grain refinement mechanism of aluminum by Al-Ti-B master alloys. In: *Light Metals 2016*. Springer, 2016, pp 189-193
97. H. Vehkamäki. *Classical nucleation theory in multicomponent systems*, Springer Science & Business Media, 2006
98. S. Yamaguchi. *Keikinzoku.* **38**, 228-238 (1988).
99. I. Maxwell, A. Hellawell. *Acta Metall.* **23**, 229-237 (1975).
100. I. Maxwell, A. Hellawell. *Acta Metall.* **23**, 895-899 (1975).
101. T. E. Quested, A. T. Dinsdale, A. L. Greer. *Acta Mater.* **53**, 1323-1334 (2005).
102. G. K. Sigworth. *Metall. Trans. A.* **15**, 277-282 (1984).

103. M. A. Easton, D. H. StJohn. Acta Mater. **49**, 1867-1878 (2001).
104. H. Wang, D. H. StJohn, C. J. Davidson, M. J. Couper. Aluminum Transactions. **2**, 57-66 (2000).
105. G. Timelli, D. Caliarì, J. Rakhmonov. Journal of Materials Science & Technology. **32**, 515-523 (2016).
106. G. P. Jones, J. Pearson. Metall. Trans. B. **7**, 223-234 (1976).
107. A. M. Bunn, P. Schumacher, M. A. Kearns, C. B. Boothroyd, A. L. Greer. Mater. Sci. Technol. **15**, 1115-1123 (2013).
108. A. A. Abdel-Hamid, A. I. O. Zaid. Poisoning of grain refinement of some aluminium alloys. In: *Current Advances in Mechanical Design and Production VII*. Elsevier, 2000, pp 331-338
109. Grain refinement of light alloys. ; 2008
110. J. Huang, L. Feng, C. Li, C. Huang, J. Li, B. Friedrich. Scripta Materialia. **180**, 88-92 (2020).
111. X. G. Chen, M. Fortier. J. Mater. Process. Technol. **210**, 1780-1786 (2010).
112. J. Lai, C. Shi, X. G. Chen. Mater. Charact. **96**, 126-134 (2014).
113. K. E. Knipling. Microsc. Microanal. **21**, 359-360 (2015).
114. K. E. Knipling. Development of a nanoscale precipitation-strengthened creep-resistant aluminum alloy containing trialuminide precipitates. DOCTOR OF PHILOSOPHY PhDT, Northwestern University, 2006.
115. S. Camero, E. S. Puchi, G. Gonzalez. Journal of Materials Science. **41**, 7361-7373 (2006).
116. A. Kumar, C. Sasikumar. Mater. Today. **4**, 307-313 (2017).
117. Y. Wu, H. Liao, K. Zhou. Mater. Sci. Eng., A. **602**, 41-48 (2014).
118. F. Meng, Z. Wang, Y. Zhao, D. Zhang, W. Zhang. Metals. **7** (2016).
119. A. Mahasneh, S. M. A. Al-Qawabah. Modern Applied Science. **5** (2011).
120. J. Rakhmonov, G. Timelli, F. Bonollo. Mater. Charact. **128**, 100-108 (2017).

121. D. Bolibruchová, M. Žihlová. Archives of Metallurgy and Materials. **59**, 1029-1032 (2014).
122. M. Zedalis, M. Fine. Metall. Trans. A. **17**, 2187-2198 (1986).
123. D. Tsivoulas, J. Robson. Acta Mater. **93**, 73-86 (2015).
124. Z. Li, Z. Zhang, X. G. Chen. Materials Science and Engineering: A. **729**, 196-207 (2018).
125. M. Rahimian, S. Amirkhanlou, P. Blake, S. Ji. Mater. Sci. Eng., A. **721**, 328-338 (2018).
126. Y. H. Gao, C. Yang, J. Y. Zhang, L. F. Cao, G. Liu, J. Sun *et al.* Materials Research Letters. **7**, 18-25 (2018).
127. B. A. Chen, G. Liu, R. H. Wang, J. Y. Zhang, L. Jiang, J. J. Song *et al.* Acta Materialia. **61**, 1676-1690 (2013).
128. C. Yang, P. Zhang, D. Shao, R. H. Wang, L. F. Cao, J. Y. Zhang *et al.* Acta Materialia. **119**, 68-79 (2016).
129. S. Mondol, S. K. Makineni, S. Kumar, K. Chattopadhyay. Metallurgical and Materials Transactions A. **49**, 3047-3057 (2018).
130. J. D. Robson. Acta Materialia. **52**, 1409-1421 (2004).
131. E. Clouet, L. Lae, T. Epicier, W. Lefebvre, M. Nastar, A. Deschamps. Nat Mater. **5**, 482-488 (2006)e-pub ahead of print 2006/05/23.
132. P. W. Voorhees. Nature Materials. **5**, 435-436 (2006).
133. N. Q. Vo, D. N. Seidman, D. C. Dunand. Mater. Sci. Eng., A. **734**, 27-33 (2018).
134. P. Sepehrband, R. Mahmudi, F. Khomamizadeh. Scripta Mater. **52**, 253-257 (2005).
135. R. Mahmudi, P. Sepehrband, H. Ghasemi. Mater. Lett. **60**, 2606-2610 (2006).
136. H. A. Elhadari, H. A. Patel, D. L. Chen, W. Kasprzak. Mater. Sci. Eng., A. **528**, 8128-8138 (2011).
137. B. Baradarani, R. Raiszadeh. Mater. Des. **32**, 935-940 (2011).

138. W. Kasprzak, B. S. Amirkhiz, M. Niewczas. *J. Alloys Compd.* **595**, 67-79 (2014).
139. T. Gao, A. Ceguerra, A. Breen, X. Liu, Y. Wu, S. Ringer. *J. Alloys Compd.* **674**, 125-130 (2016).
140. T. Gao, D. Li, Z. Wei, X. Liu. *Mater. Sci. Eng., A.* **552**, 523-529 (2012).
141. L. L. Rokhlin, N. R. Bochvar, I. E. Tarytina, N. P. Leonova. *Russian Metallurgy (Metally)*. **2010**, 241-247 (2010).
142. C. Li. Precipitation behaviors of dispersoids induced from transition elements (Mn, Sc and Zr) and their effect on recrystallization resistance in AA6082 alloys. Mémoire de maîtrise, Université du Québec à Chicoutimi, 2018.
143. A. R. Farkoosh, X. Grant Chen, M. Pekguleryuz. *Mater. Sci. Eng., A.* **627**, 127-138 (2015).
144. R. Wagner, R. Kampmann, P. W. Voorhees. *Phase transformations in materials*. **5**, 213-303 (1991).
145. Rui Chen, Qingyan Xu, B. Liu. *ACTA METALLURGICA SINICA*. **52**, 987-999 (2016).
146. Q. Du, W. J. Poole, M. A. Wells. *Acta Mater.* **60**, 3830-3839 (2012).
147. I. M. Lifshitz, V. V. Slyozov. *Journal of physics and chemistry of solids*. **19**, 35-50 (1961).
148. C. Wagner. *Zeitschrift für Elektrochemie, Berichte der Bunsengesellschaft für physikalische Chemie*. **65**, 581-591 (1961).
149. Y. H. Gao, L. F. Cao, J. Kuang, J. Y. Zhang, G. Liu, J. Sun. *Journal of Materials Science & Technology*. **37**, 38-45 (2020).
150. C. J. Kuehmann, P. W. Voorhees. *Metallurgical and Materials Transactions A*. **27**, 937-943 (1996).
151. T. Gladman. *Mater. Sci. Technol.* **15**, 30-36 (2013).
152. A. M. A. Mohamed, F. H. Samuel. *Heat Treatment-Conventional and Novel Applications*. 55-72 (2012).

153. C. B. Fuller, D. N. Seidman, D. C. Dunand. *Acta Mater.* **51**, 4803-4814 (2003).
154. A. J. Ardell. *Metallurgical Transactions A.* **16**, 2131-2165 (1985).
155. J. Qin, Z. Zhang, X. G. Chen. *Metallurgical and Materials Transactions A.* **47**, 4694-4708 (2016).
156. A. W. Zhu, E. A. Starke Jr. *Acta Mater.* **47**, 3263-3269 (1999).
157. J. F. Nie, B. C. Muddle. *Acta Materialia.* **56**, 3490-3501 (2008).
158. A. W. Zhu, A. Csontos, E. A. Starke Jr. *Acta materialia.* **47**, 1713-1721 (1999).
159. D. L. Gilmore, E. A. Starke. *Metallurgical and materials transactions A.* **28**, 1399-1415 (1997).
160. D. N. Seidman, E. A. Marquis, D. C. Dunand. *Acta Mater.* **50**, 4021-4035 (2002).

CHAPITRE 3 PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES

3.1 Préparation de l'alliage et traitement thermique

Deux alliages coulés en série ont été préparés dans le présent travail: de type Al-Si 356 (Al-7Si-0,6Cu-0,35Mg) et de type 224 (Al-4,8Cu-0,33Mn-0,13Mg-0,09Si). Divers niveaux et combinaisons d'éléments de transition ont été ajoutés.

3.1.1 356 alliages

Pour l'alliage moulé de type Al-Si 356, cinq alliages avec différentes teneurs en V, Zr et Mo ont été préparés avec Al pur commercial (99,6%), Mg pur (99,9%), Al-50% Si, Al-25% Mn, Al -5% Ti-1% B, Al-50% Cu, Al-10% Sr, Al-5% V, Al-15% Zr et Al-10% Mo d'alliages mères. Leurs compositions chimiques analysées par un spectromètre d'émission optique sont présentées dans le Tableau 3.1.

Tableau 3.1 Composition chimique des alliages expérimentaux 356 (wt.%)

No.	Si	Fe	Mg	Mn	Ti	Cu	Sr	V	Zr	Mo	Al
0	7.3	0.13	0.36	0.18	0.19	0.61	0.01	-	-	-	Bal.
1	7.4	0.15	0.35	0.20	0.20	0.60	0.01	0.28	-	-	Bal.
2	7.2	0.13	0.35	0.18	0.19	0.59	0.01	-	0.23	-	Bal.
3	7.4	0.14	0.35	0.20	0.19	0.60	0.01	-	-	0.31	Bal.
4	6.8	0.12	0.33	0.20	0.19	0.60	0.01	0.20	0.20	0.28	Bal.

Pour chaque alliage, environ 3,5 kg de matériaux ont été fondus dans un creuset en argile-graphite à l'aide d'un four à résistance électrique. Le métal liquide a été maintenu à ~750 °C pendant 30 minutes, puis dégazé pendant 15 minutes avec de l'Ar haute pureté. Les cinq lots ont été affinés en grains en ajoutant l'alliage maître Al-5% Ti-1% B et modifiés par l'addition d'alliage maître Al-10% Sr. Le métal liquide a été versé dans le moule permanent préchauffé à 250 °C. Deux moules permanents différents ont été utilisés pour obtenir les différentes vitesses de refroidissement: l'un est un moule en acier permanent avec une faible

vitesse de refroidissement ($\sim 2^\circ\text{C/s}$) et l'autre est un moule en cuivre permanent avec une vitesse de refroidissement élevée ($\sim 10^\circ\text{C/s}$), comme le montre la Figure 3.1. L'échantillon du moule en acier était en forme de bloc en «Y» avec une dimension de $80\text{ mm} \times 40\text{ mm} \times 30\text{ mm}$, qui a été désigné comme «Y» tandis que l'échantillon du moule en cuivre était la plaque mince d'une dimension de $100\text{ mm} \times 80\text{ mm} \times 4,5\text{ mm}$ et désigné par «S».

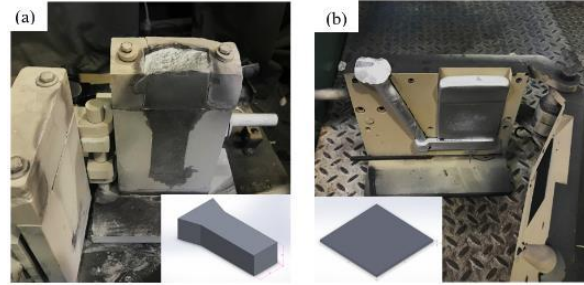


Figure 3.1 Dimension des moules de coulée du (a) bloc «Y» ($80\text{ mm} \times 40\text{ mm} \times 30\text{ mm}$); (b) Plaque en «S» ($100\text{ mm} \times 80\text{ mm} \times 4,5\text{ mm}$).

Après la coulée, tous les échantillons ont été soumis à un traitement en solution en deux étapes ($500^\circ\text{C}/2\text{h} + 520^\circ\text{C}/2\sim 12\text{h}$) comme le montre la Figure 3.2, pour évaluer les microstructures, la formation de dispersoïdes ainsi que les propriétés selon les littératures [1, 2]. Pour préparer les éprouvettes de traction, les alliages sont vieillis artificiellement à 200°C pendant 5 heures puis recuits à 300°C pendant 100 heures.

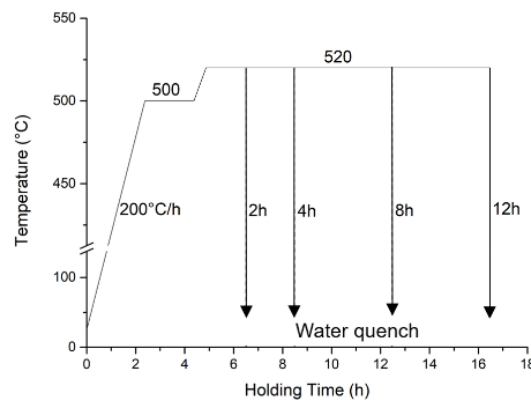


Figure 3.2 Procédures de traitement thermique de 356 alliages

3.1.2 224 alliages

Pour l'alliage moulé de type Al-Cu 224, cinq alliages avec différents ajouts de Zr, V et Sc ont été excogités dans la présente étude. Les résultats de l'examen de leurs compositions chimiques analysés par un spectromètre d'émission optique sont présentés dans le Tableau 3.2. Les alliages ont été préparés avec Al-50%Si, Al-25%Mn, Al-5%Ti-1%B, Al-50%Cu, Al-5%V, Al-15%Zr, Al-15%Sc alliages maîtres, Mg pur (99,9%) et aluminium pur commercial 1020 (99,6%). Pour chaque alliage, environ 3,2 kg de matériaux préparés ont été fondus et agités pour homogénéiser dans un creuset en argile graphite en utilisant un four à résistance électrique. Après avoir été maintenus à environ 750°C pendant 30 min avec une atmosphère protectrice pour dissoudre les éléments d'alliage, puis dégazés pendant 15 min avec du gaz Ar de haute pureté, les alliages ont été versés dans le moule en acier permanent préchauffé par gravité de 250°C (80 mm × 40 mm × 30 mm), le idem avec le bloc «Y» désigné sur la Figure 3.1.

Tableau 3.2 Composition chimique des alliages expérimentaux 224 (wt.%)

Alloys	Si	Fe	Cu	Mg	Mn	Ti	Zr	V	Sc	Al
O	0.12	0.13	4.93	0.13	0.38	0.11	-	-	-	Bal.
A	0.1	0.13	4.95	0.11	0.36	0.1	0.18	-	-	Bal.
B	0.1	0.13	4.81	0.13	0.38	0.1	-	0.25	-	Bal.
C	0.08	0.13	4.65	0.12	0.35	0.09	0.15	0.13	-	Bal.
D	0.09	0.12	4.43	0.11	0.33	0.08	0.15	-	0.16	Bal.

Tous les alliages Al-Cu 224 ont été traités en solution avec un procédé en 2 étapes (495°C/2h + 523°C/10h) suivi d'une trempe à l'eau afin d'éviter une éventuelle fusion naissante des phases contenant du Cu [1]. Le vieillissement artificiel (200°C/4h) et suivi de 300°C/100h de stabilisation ont également été exécutés respectivement indiqués par T7 et T7A, comme le montre la Figure 3.3, pour préparer des éprouvettes de compression et de fluage.

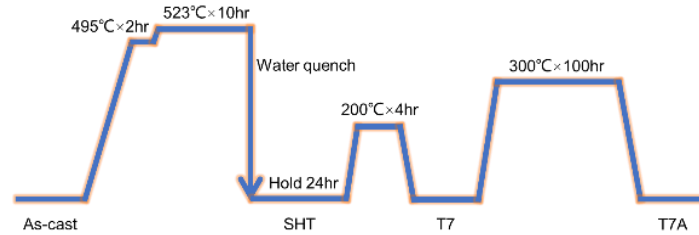


Figure 3.3 Représentation graphique des procédures de traitement thermique de 224 alliages

3.2 Caractérisation des matériaux

3.2.1 Métallographie

Pour l'observation métallographique, les échantillons après découpe ont été montés en utilisant un matériau de montage en poudre de graphite puis broyés consécutivement avec des papiers de verre SiC #120, #240, #320 et #500 avec de l'eau comme lubrifiant. Le polissage a été réalisé avec des suspensions DP de 6 μm et 1 μm avec du lubrifiant DP de Strues. Le polissage final a été effectué avec une suspension de silice colloïdale de 0,5 μm avec de l'eau comme lubrifiant. Les échantillons polis ont été gravés avec une solution de 0,5% HF pendant 90 secondes pour révéler les dispersoïdes dans 356 alliages. Les échantillons EBSD peuvent être gravés avec les gravures de Keller pour obtenir une meilleure réponse.

3.2.2 Analyse de la microstructure

The brief microstructures including dendrites, intermetallic phases, dispersoid zone, etc. were observed with a metallurgical microscope (OM, Nikon ECLIPSE ME600L).

L'observation des phases intermétalliques et des dispersoïdes à fort grossissement ainsi que la détermination de la composition ont été effectuées sur un microscope électronique à balayage (SEM, JEOL JSM-6480LV) fonctionnant à 15kV ou 20kV avec une spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDS, instrument Oxiford) . La granulométrie et la détection de phase structurale cristalline ont été réalisées avec un système de diffraction par rétrodiffusion électronique (EBSD, instrument HKL Oxiford) équipé sur le SEM.

Pour étudier en détail les dispersoïdes et les précipités, un microscope électronique à transmission (TEM, JEOL JEM-2100) fonctionnant à 200kV avec STEM-EDS a été utilisé. Les plaquettes de TEM perforées à 3mm de diamètre ont été broyées et polies à environ 50 μm d'épaisseur, suivies d'un double jet à 15V DC dans une solution d'acide nitrique à 30% et de méthanol à 70% avec une température contrôlée à environ -20 °C par l'azote liquide. Les logiciels d'analyse d'image CLEMEX PE 8,0 et ImageJ sont été utilisés pour effectuer des quantifications des dispersoïdes et des précipités sur la base des images numériques.

3.2.3 Propriétés mécaniques

La microdureté Vickers a été mesurée pour évaluer les propriétés à température ambiante. Les essais ont été réalisés par une machine d'essai de micro-dureté NG-1000 CCD avec une charge de 10g et un temps de séjour de 20s pour 356 alliages, une charge de 25g et un temps de séjour de 15s pour 224 alliages. 10 mesures ont été effectuées à la matrice $\alpha\text{-Al}$ pour calculer la valeur de dureté moyenne pour chaque échantillon poli. La conductivité électrique a été mesurée par le dispositif d'essai de conductivité électrique Sigmascope SMP10 à température ambiante, avec l'unité % IACS.

Les essais de traction ont été menés à température élevée (300°C) avec le système d'essai thermomécanique Gleeble 3800 avec un taux de déformation réglé à $0,001\text{s}^{-1}$ sur 356 alliages. Les alliages après traitement T7 (500°C/2h + 520°C/4h + 200°C/5h) puis de stabilisation (300°C/100h) ont été usinés pour être des «Subsize Specimens» d'épaisseur de $4,0 \pm 0,1\text{mm}$ selon ASTM E8 [3], comme le montre la Figure 3.4.

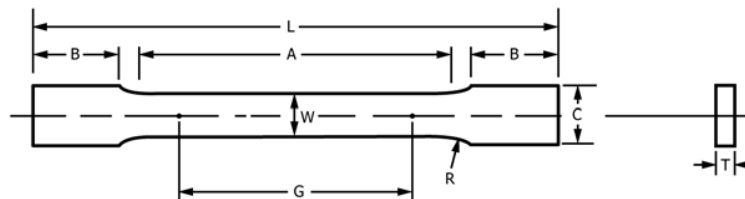


Figure 3.4 Dimensions des éprouvettes de traction ($G=25,0\pm0,1\text{ mm}$, $W=6,0\pm0,1\text{ mm}$, $T=4,0\text{ mm}$, $R=6\text{ mm}$, $L=100\text{ mm}$, $A=32\text{ mm}$, $B=30\text{ mm}$, $C=10\text{ mm}$).

Les essais de compression ont été réalisés à température ambiante et à 300°C avec le système Gleeble 3800 avec une déformation totale de $\sim 0,4$ et une vitesse de déformation fixe de $0,001\text{s}^{-1}$ sur 224 alliages traités T7 et T7A. Les échantillons ont été usinés en cylindres de 10,0 mm de diamètre et 15,0 mm de hauteur, comme le montre la Figure 3.5.

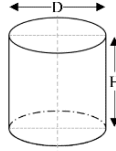


Figure 3.5 Dimensions des éprouvettes de compression et de fluage ($H=15,0\pm 0,1$ mm, $D=10,0\pm 0,1$ mm).

Des essais de fluage en compression ont été réalisés à 300 ° C pendant 100 heures avec une charge constante de 50 MPa sur des alliages 224-T7A. Chaque condition a été répétée trois fois. Les éprouvettes de fluage partagent la même dimension que les éprouvettes de compression du système Gleeble 3800 (Figure 3.5).

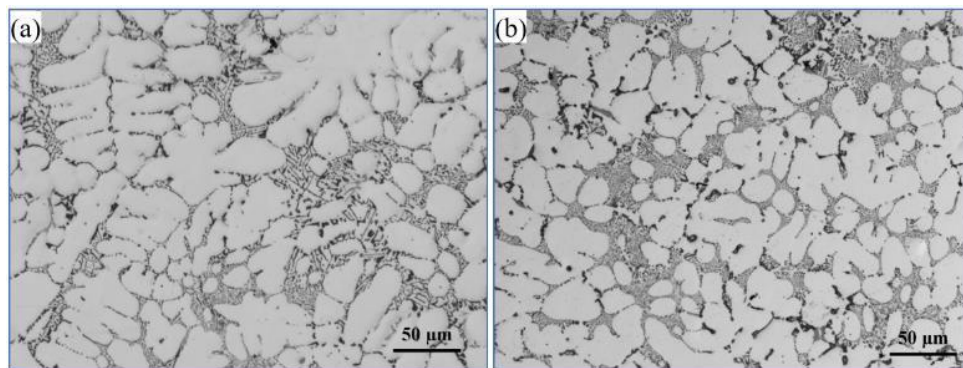
Références

1. A. Samuel, F. Samuel. Journal of Materials Science. **27**, 6533-6563 (1992).
2. S. Chen, K. Liu, X. G. Chen. J. Mater. Res. **34**, 3071-3081 (2019).
3. ASTM. E8/E8M. In: *Standard test methods for tension testing of metallic materials*. p 66(2011).

CHAPITRE 4 EFFET DES ÉLÉMENTS DE TRANSITION, DU TAUX DE REFROIDISSEMENT ET DES TRAITEMENTS THERMIQUES SUR LES DISPERSOÏDES ET LES PROPRIÉTÉS À HAUTE TEMPÉRATURE DE 356 ALLIAGES

De nos jours, les alliages de type 356 ont de nombreuses applications dans les culasses de moteurs automobiles. Ce chapitre vise à étudier le potentiel des propriétés à haute température des alliages de type 356 avec un traitement thermique traditionnel en introduisant certains éléments de transition populaires (introduceur de dispersoïdes). Diverses études de microstructures et essais de traction à haute température ont été menés pour évaluer les effets des V, Zr et Mo sur les alliages de type 356.

4.1 Microstructures telles que coulées et mises en solution



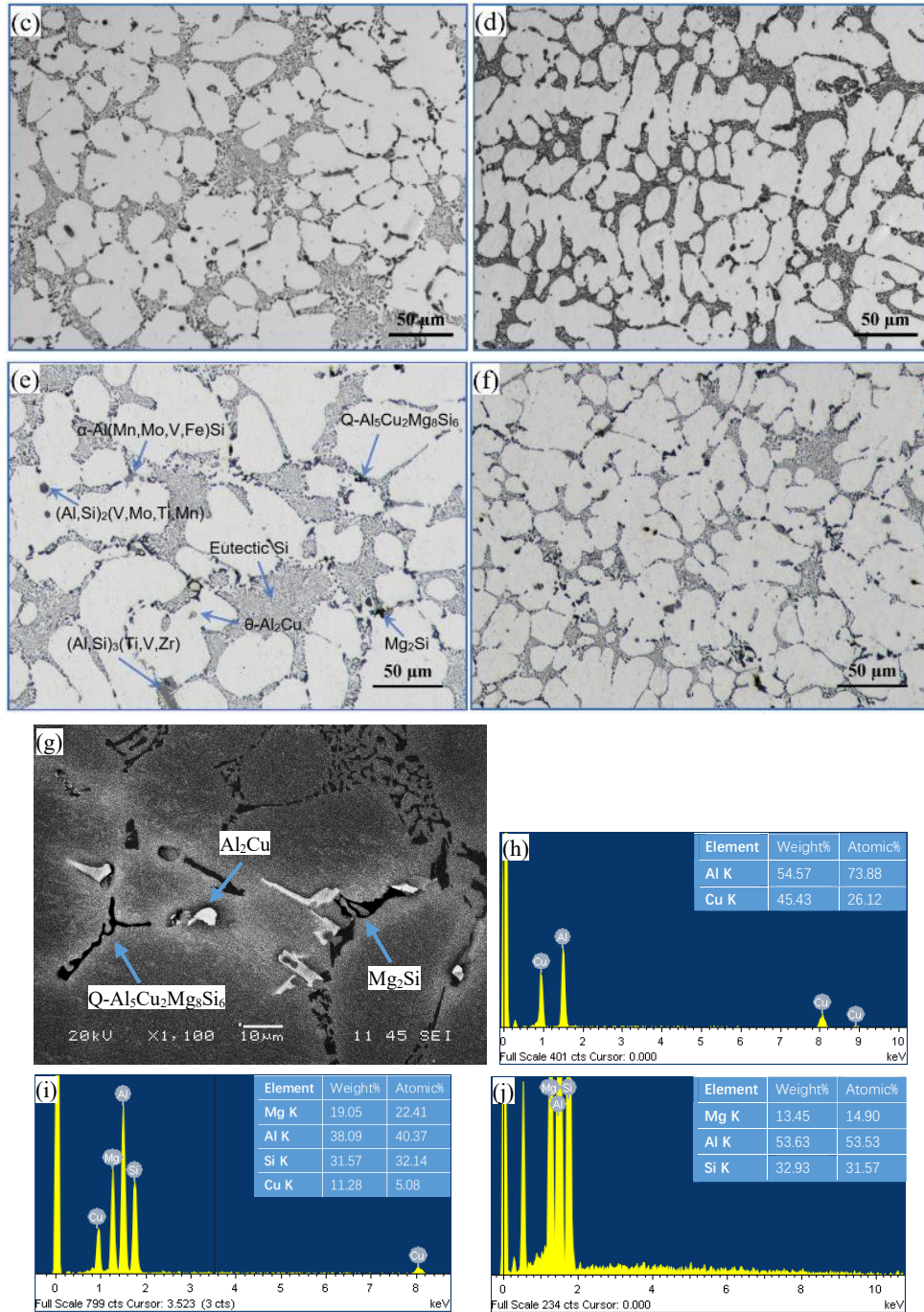


Figure. 4.1 Microstructures telles que coulées sous un microscope optique de (a) #0-S, (b) #1-S, (c) #2-S, (d) #3-S, (e) #4-Y, (f) #4-S alliages. (g) Une image MEB d'électrons secondaires d'alliage # 0-Y tel que coulé comprenant des phases à bas point de fusion Al_2Cu , Mg_2Si et $\text{Q-Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$. (h), (i) et (j) sont des résultats EDS des phases Al_2Cu , Mg_2Si et $\text{Q-Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$, respectivement.

Dans le présent travail, on observe que les microstructures coulées d'alliages expérimentaux sont composées de α -Al dendritique, de silicium eutectique et de diverses phases intermétalliques, qui présentent une variété de types et de morphologies et dépendent fortement de l'ajout d'éléments de transition, comme illustré à la Figure 4.1. On a pu constater que les alliages #0 et #3 possèdent généralement des structures de dendrite directionnelles manifestement longues, au contraire, les alliages #1, #2 et #4 possèdent généralement des structures de dendrite de type rosette. Ces différents effets de modification de la dendrite des ajouts de V, Zr et Mo indiquent leurs différents effets d'affinage du grain. La vitesse de refroidissement élevée (échantillons S) a produit des microstructures plus fines comprenant l'espacement du deuxième bras (SDAS), des particules de Si et des intermétalliques, par rapport à la faible vitesse de refroidissement (échantillons Y). Les échantillons S tels que coulés ont le SDAS moyen de 20 μm , tandis que le SDAS moyen des échantillons Y est de 35 μm . À titre d'exemple, les microstructures typiques de l'alliage #4 sous deux vitesses de refroidissement sont données à titre d'exemple sur la Figure 4.1(e)(f), qui montre les divers intermétalliques formés en raison de l'ajout combiné d'éléments de transition ainsi que le microstructures plus fines dans l'échantillon S (Figure 4.1b).

Tableau 4.1 Phases intermétalliques dans la microstructure brute de coulée de différents alliages

Alliage	Phases intermétalliques	
#0	α -Al(Mn,Fe)Si, (Al,Si) ₃ Ti	Mg ₂ Si, θ -Al ₂ Cu, Q-Al ₅ Cu ₂ Mg ₈ Si ₆
#1	α -Al(Mn,V,Fe)Si, (Al,Si) ₃ (Ti,V), (Al,Si) ₂ (V,Ti,Mn)	
#2	α -Al(Mn,Fe)Si, (Al,Si) ₃ (Ti,Zr)	
#3	α -Al(Mn,Mo,Fe)Si, (Al,Si) ₃ Ti, (Al,Si) ₂ (Mo,Ti,Mn)	
#4	α -Al(Mn,Mo,V,Fe)Si, (Al,Si) ₃ (Ti,V,Zr), (Al,Si) ₂ (V,Mo,Ti,Mn)	

Tableau 4.2 Quelques informations sur la structure cristalline liées aux phases intermétalliques (Al,Si)₂M

Phase	Cellule unitaire (nm):	Référence	Groupe spatial	Pearson	Type de structure
MoAlSi	$4.719 \times 4.719 \times 6.569$ <90.0°×90.0°×120.0°>	ICSD #109106	P6222 (180)	hP9	CrSi ₂

Mo(Si,Al) ₂	4.674 × 4.674 × 6.558 <90.0°×90.0°×120.0°>	PDF#10-0277			
Mo(Si,Al) ₂	4.645 × 4.645 × 6.547 <90.0°×90.0°×120.0°>	PDF#19-0032			
MoSi ₂	4.596 × 4.596 × 6.55 <90.0°×90.0°×120.0°>	PDF#17-0917			
VSi ₂	4.5726 × 4.5726 × 6.3744 <90.0°×90.0°×120.0°>	ICSD #96025			
VSi ₂	4.5723 × 4.5723 × 6.373 <90.0°×90.0°×120.0°>	PDF#38-1419			
MnAl _{0.75} Si _{1.25}	4.475 × 4.475 × 6.427 <90.0°×90.0°×120.0°>	PDF#18-0037			
(Ti _{0.8} Mo _{0.2})Si ₂	4.699 × 4.699 × 6.524 <90.0°×90.0°×120.0°>	PDF#07-0331			

L'alliage de base #0 a une phase intermétallique majeure α -Al(Mn,Fe)Si et une trace (Al,Si)₃Ti intermétallique en raison de la présence de Ti par l'addition de raffinement des grains. Dans l'alliage V-ajouté #1, en plus du principal α -Al(Mn,V,Fe)Si intermétallique, une phase (Al,Si)₂(V,Ti,Mn) a été trouvée comme suggéré par [1, 2] avec un peu de Si substitué par Al et un certain V substitué par Ti et Mn sur la base des phases Si₂V en raison de leur rayon atomique similaire [3]. De même, dans l'alliage #3 ajouté au Mo, certaines particules intermétalliques riches en (Mo,Si)-rich (Al,Si)₂(Mo,Ti,Mn) ont également été trouvées qui pourraient être dérivées de la phase hexagonale Mo(Al,Si)₂ [4, 5]. Dans l'alliage #4 avec l'addition combinée de V, Zr et Mo, trois phases intermétalliques principales avec une composition chimique compliquée ont été trouvées, qui sont la phase α -Al(Mn,Mo,V,Fe)Si, en forme de plaque (Al,Si)₃(Ti,V,Zr) et hexagonale (Al,Si)₂(V,Mo,Ti,Mn). Il convient de mentionner que les cinq alliages contiennent du Mg₂Si et deux phases θ -Al₂Cu et Q-Al₅Cu₂Mg₈Si₆ contenant du Cu en raison de la présence de Mg, Si et Cu dans les alliages expérimentaux. Les détails des diverses phases intermétalliques trouvées et identifiées dans les microstructures telles que coulées de cinq alliages sont résumés dans le Tableau 4.1. Certaines données relatives à la structure cristalline de ces phases (Al,Si)₂M qui ont la même structure cristalline sont rassemblées

dans le Tableau 4.2. Il est possible que V, Mo, Ti, Mn en tant qu'éléments potentiels de «M» puissent se remplacer sans changer la structure cristalline dans ce type de phases. La phase $(\text{Al},\text{Si})_2\text{Zr}$ n'est pas observée dans la présente étude, qui a été rapportée dans des alliages Al-Si à plus haute teneur en Si [6].

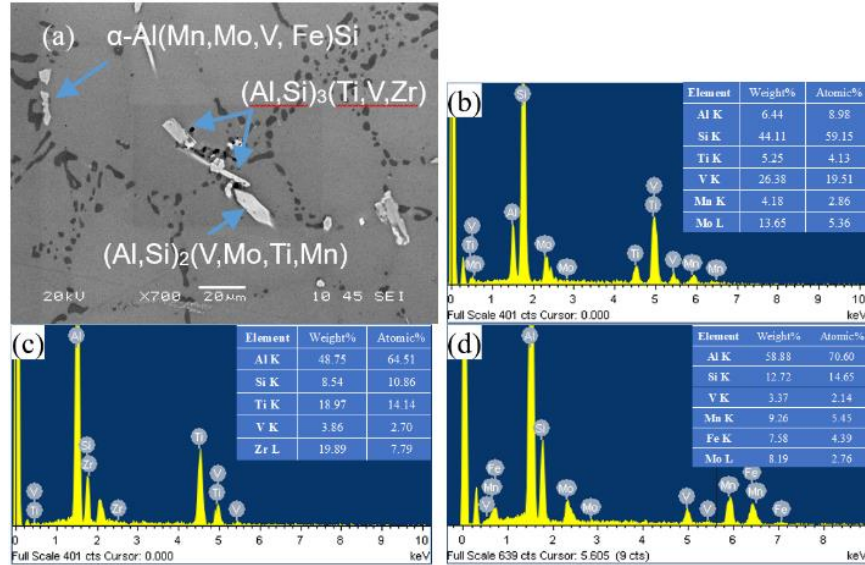


Figure 4.2 Image d'électrons secondaires SEM de l'échantillon #4-Y après traitement en solution à 520 °C pendant 4 h (a) avec résultats d'analyse EDS des intermétalliques: (b) $(\text{Al},\text{Si})_2(\text{V},\text{Mo},\text{Ti},\text{Mn})$; (c) $(\text{Al},\text{Si})_3(\text{Ti},\text{V},\text{Zr})$; (d) $\alpha\text{-Al}(\text{Mn},\text{Mo},\text{V},\text{Fe})\text{Si}$.

Au cours du traitement en solution en deux étapes, les particules eutectiques de Si ont été sphéroïdisées, tandis que les trois phases intermétalliques contenant du Mg/Cu à bas point de rencontre, y compris Mg_2Si , $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ et $\text{Q-Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ (marqué sur la Fig.4.1 (g)), ont été complètement dissoutes dans la matrice $\alpha\text{-Al}$. En général, les phases intermétalliques contenant Fe/Ti/V/Zr/Mo (dans la colonne de gauche du Tableau 4.1) étaient les phases à point de fusion élevé. Ils peuvent être fragmentés et partiellement dissous pendant le traitement en solution à 520 °C mais la plupart d'entre eux restent dans la microstructure après le traitement en solution. La Figure 4.2 donne un exemple de microstructure en solution de l'échantillon #4-Y, dans laquelle $\alpha\text{-Al}(\text{Mn},\text{Mo},\text{V},\text{Fe})\text{Si}$,

$(\text{Al},\text{Si})_3(\text{Ti},\text{V},\text{Zr})$ et $(\text{Al},\text{Si})_2(\text{V},\text{Mo},\text{Ti},\text{Mn})$ formées lors de la solidification ont encore été observées après traitement en solution.

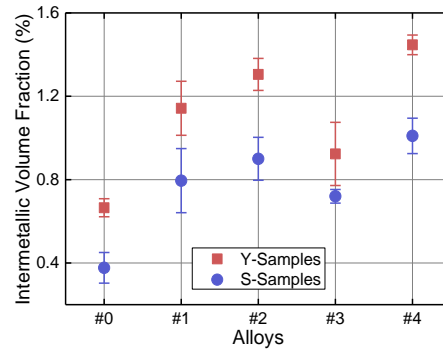


Figure 4.3 Fraction volumique des phases intermétalliques restées après un traitement en solution de 520°C/4h dans divers alliages

Les fractions volumiques totales des phases intermétalliques restantes après un même traitement en solution dans différents alliages ont été mesurées pour évaluer les effets de différents éléments de soluté et la vitesse de refroidissement sur leur formation, et les résultats sont présentés sur la Figure 4.3. On peut trouver que l'alliage de base #0 a les fractions de volume les plus faibles de composés intermétalliques aux deux vitesses de refroidissement. Avec l'ajout d'éléments de transition, les fractions volumiques des intermétalliques augmentent, tandis que la vitesse de refroidissement élevée réduit la formation d'intermétalliques et davantage d'éléments de transition peuvent être retenus dans la matrice $\alpha\text{-Al}$. Il est évident que l'alliage #4 avec addition combinée possède la fraction volumique la plus élevée d'intermétalliques, qui a plus que doublé la fraction intermétallique par rapport à l'alliage de base. L'alliage #2 ajouté au Zr a la deuxième plus grande fraction volumique d'intermétalliques parmi tous les alliages, mais la plus grande fraction intermétallique parmi trois alliages individuels ajoutés par élément de transition (#1 à #3) en raison de la faible capacité de soluté du Zr dans Al.

4.2 Évolution des dispersoïdes lors des traitements thermiques avec différents contenus en éléments de transition

Dans les alliages de fonderie Al-Si, les dispersoïdes se forment généralement lors du traitement en solution [7-10]. Pour surveiller la précipitation des dispersoïdes pendant le traitement en solution et pour comparer l'effet de durcissement des éléments de transition, la microdureté Vickers (HV) et la conductivité électrique (CE) en fonction du temps de maintien ont été mesurées et les résultats sont présentés sur la Figure 4.4.

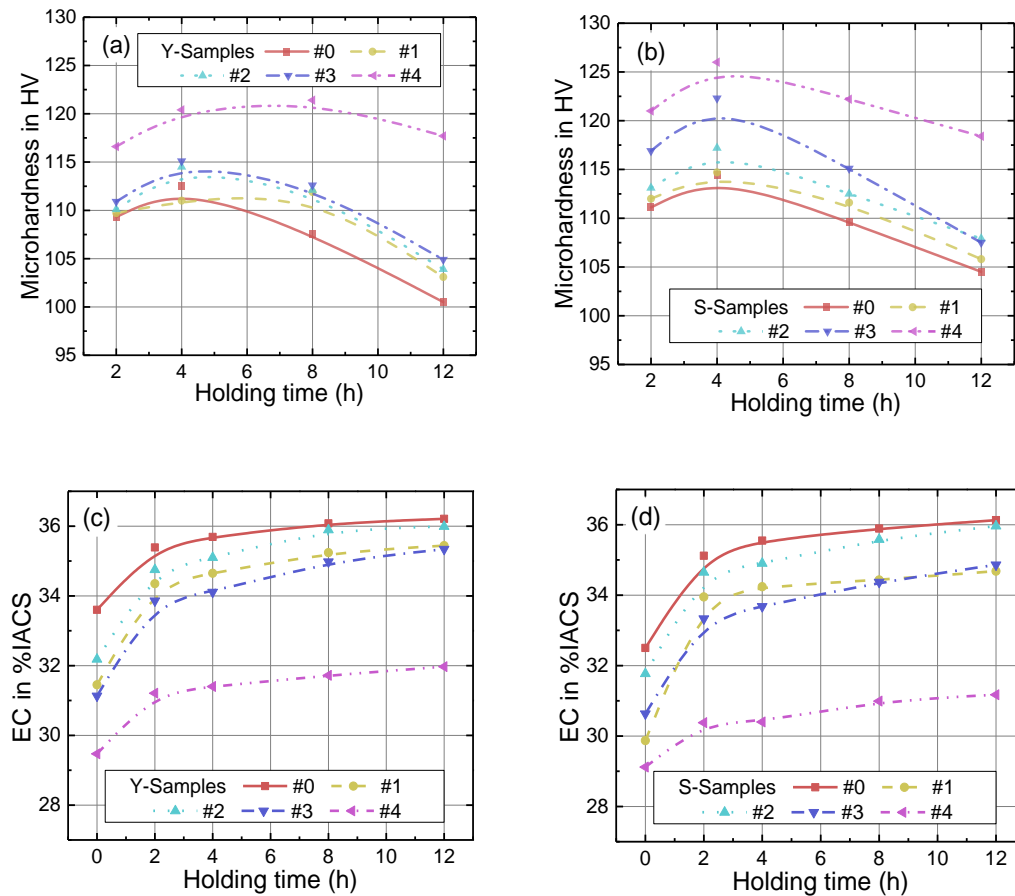


Figure 4.4 Microdureté Vickers (a, b) et conductivité électrique (c, d) en fonction du temps de maintien lors du traitement en solution à 520 °C dans différents alliages

Hormis la consommation dans les phases intermétalliques, tous les éléments d'alliage formant dispersoïde (Mn, Fe, Si, Zr, V et Mo) sont sursaturés dans la microstructure telle que coulée. Pendant le traitement en solution et avec l'augmentation du temps de maintien, la microdureté et la CE augmentent progressivement, indiquant que les dispersoïdes précipitent à partir de la matrice d'aluminium sursaturée. Aux deux vitesses de refroidissement, la microdureté maximale est atteinte après 4 h de temps de maintien, tandis que la CE s'approche également de la valeur maximale, suggérant que les dispersoïdes sont entièrement précipités après 520°C/4h; ainsi, le traitement en solution de 520°C/4h est choisi pour une étude métallographique plus poussée des dispersoïdes. Avec un temps de perçage prolongé après 4 h, les valeurs de microdureté des cinq alliages présentent une tendance à la baisse, tandis que les valeurs de CE atteignent un plateau, ce qui est très probablement attribué au fait que les dispersoïdes commencent à grossir avec un temps de maintien prolongé à 520 °C.

Les différences de microdureté entre les différents alliages sont principalement attribuées à la quantité de dispersoïdes précipités et à leur effet de renforcement. Comme le montre la Figure 4.4a-b, l'alliage #4 avec addition combinée de V, Zr et Mo a la microdureté la plus élevée parmi tous les alliages à un moment de maintien donné. L'alliage #3 ajouté au Mo présente une amélioration évidente, montrant la deuxième microdureté la plus élevée. Les alliages #1 et #2 ne montrent qu'une légère amélioration par rapport à l'alliage #0. De plus, la vitesse de refroidissement élevée (échantillons S) a toujours la microdureté la plus élevée par rapport à la faible vitesse de refroidissement (échantillons Y) pour chaque alliage. Cela signifie la plus grande quantité de dispersoïdes précipités en raison du niveau de sursaturation plus élevé à la condition de vitesse de refroidissement élevée.

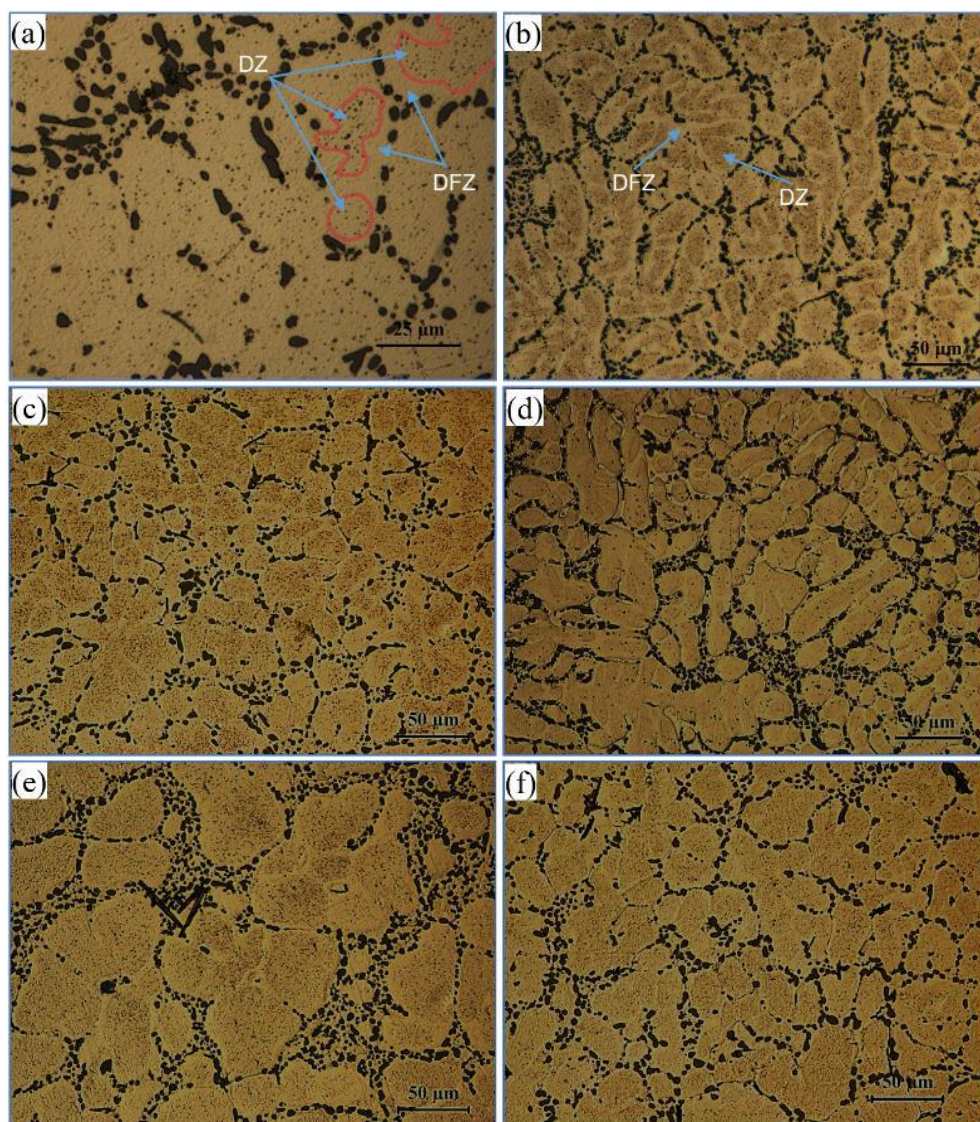


Figure 4.5 Zone de dispersion (DZ) et zone libre de dispersoïde (DFZ) formées pendant le traitement en solution (520°C/4h) (gravées avec 0,5% de HF pendant 90 s): (a) #0-S; (b) #1-S; (c) #2-S; (d) #3-S; (e) #4-Y; (f) #4-S.

Les dispersoïdes précipitent généralement dans les cellules dendrites (la zone dispersoïde (DZ) dans la région intradendritique). À l'extérieur de la zone dispersoïde, il forme la zone libre de dispersoïde (DFZ), qui se situe près des limites de la dendrite et des particules intermétalliques en raison des solutés d'alliage appauvris dans la zone. La Figure 4.5 montre des images optiques donnant une vue d'ensemble de la distribution des zones dispersoïdes et des zones libres de dispersoïdes après traitement en solution dans les

alliages # 0, # 1 et # 3 à titre d'exemples. Tous les échantillons sont gravés avec 0,5% HF pendant 90 s afin de révéler clairement les DZ et DFZs. On peut trouver que le volume de DZ est plus faible mais avec un DFZ plus élevé dans le #0 par rapport aux alliages #1 et #3 tandis que le #3 a le volume maximal de DZ.

Tableau 4.3 Fractions de surface des DZ dans les alliages en solution

Fraction DZ (%)	#0	#1	#2	#3	#4
Échantillons Y	41±5	64±6	64±8	74±5	66±7
Échantillons S	44±4	62±7	65±6	73±3	68±7

Les fractions de surface mesurées des DZ dans différents alliages sont présentées dans le Tableau 4.3. Sur la base des mesures, il est clair que les vitesses de refroidissement ont une influence limitée sur la fraction de DZ, tandis que les éléments de transition ajoutés ont des effets importants sur celle-ci, qui peuvent être liés à leurs coefficients de partition inverse (k_0 (Mn, Fe et Si) < 1 tandis que k_0 (Ti, V, Zr and Mo) > 1 [2, 9, 11]). Par conséquent, la formation de DZ a été augmentée avec des éléments de transition. La fraction DZ maximale a été trouvée dans l'alliage #3, environ 73% avec les deux moules, indiquant que Mo est un élément d'élimination DFZ puissant pour les alliages de fonderie Al-Si-Cu-Mg. Les alliages #1, #2 et #4 ont des fractions DZ similaires qui sont plus petites que celles de l'alliage #3, en raison de leurs DFZ relativement plus grandes autour des limites de la dendrite, comme nous pouvons le voir sur la Figure 4.5. Cependant, ils ont absolument des DZ plus grands que l'alliage #0 dont les DZ sont même difficiles à identifier.

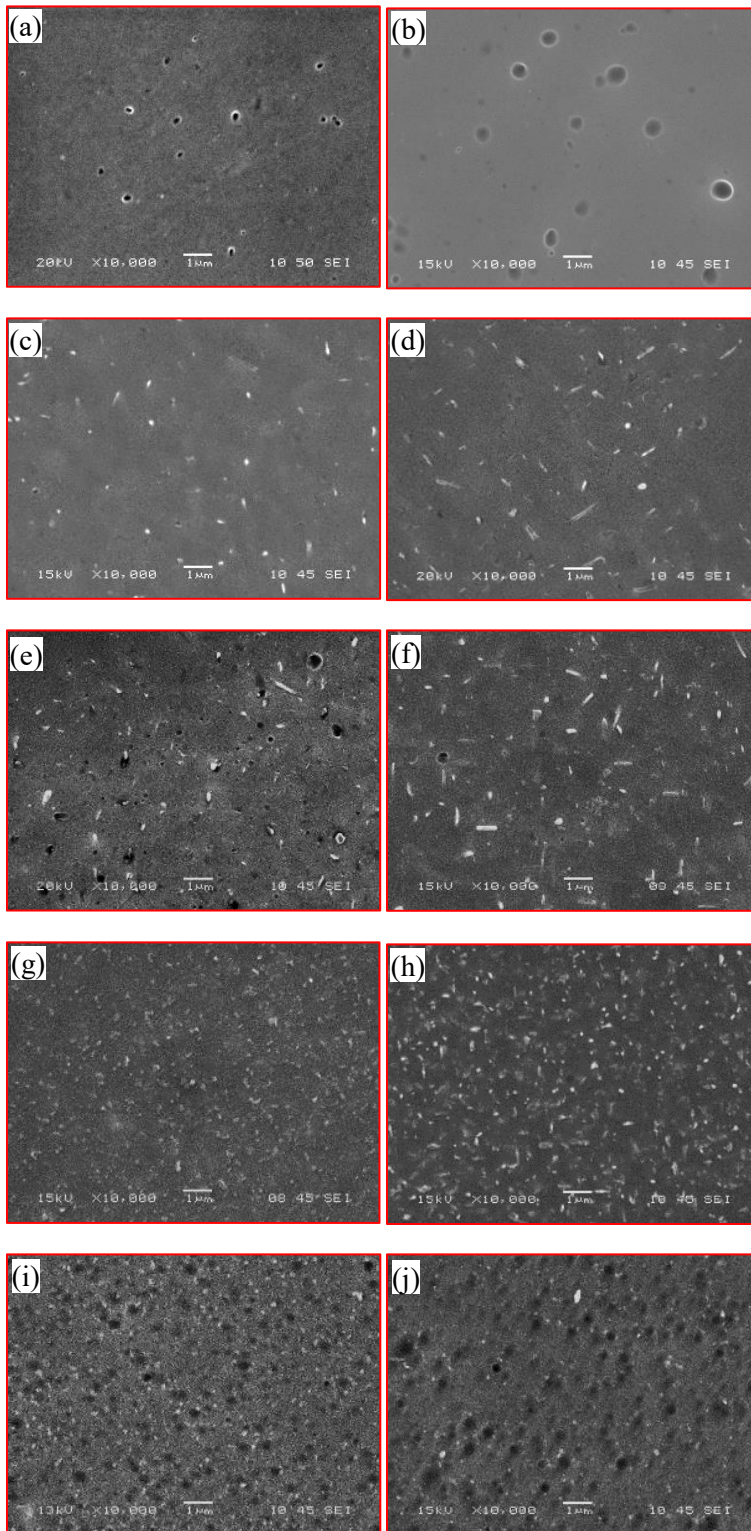
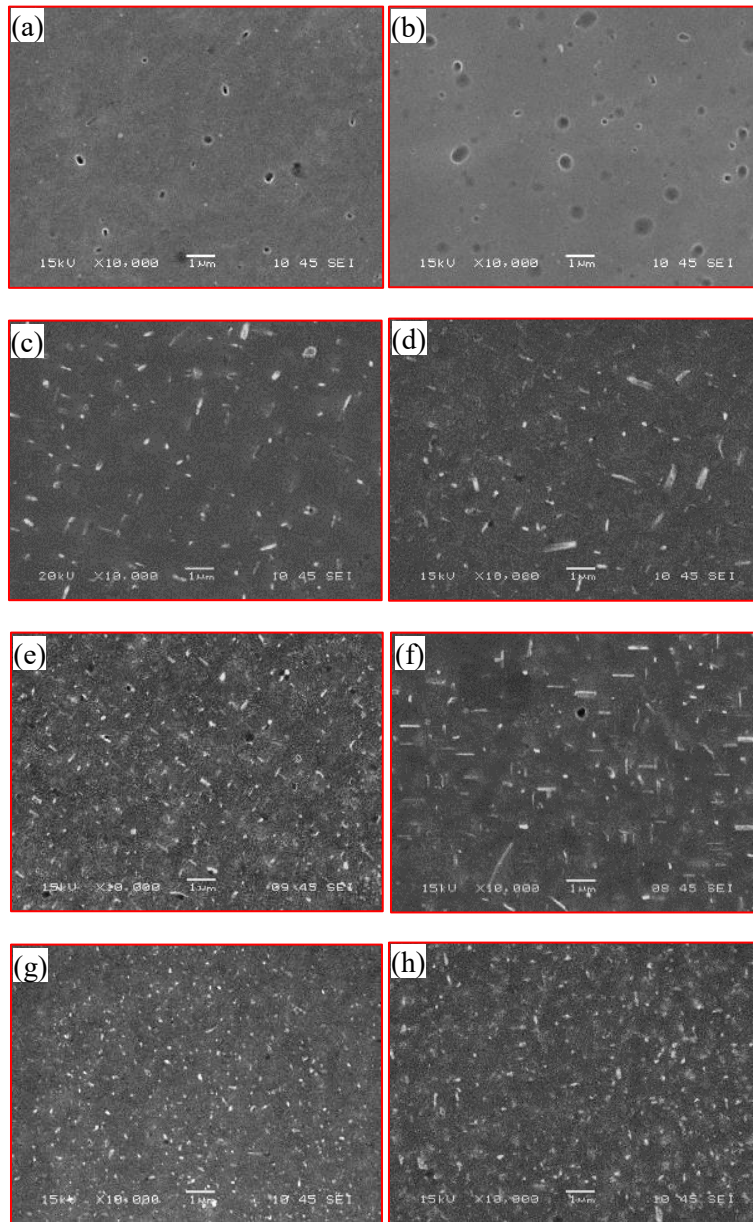


Figure 4.6 Images SEM de dispersoïdes dans des échantillons Y pendant le traitement en solution pendant 2 heures (a, c, e, g, i correspondant aux alliages # 0, # 1, # 2, # 3, # 4) et 12 heures (b, d, f, h, j correspondant aux alliages # 0, # 1, # 2, # 3, # 4).



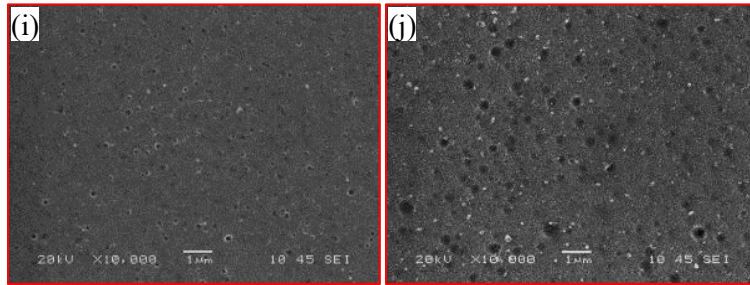


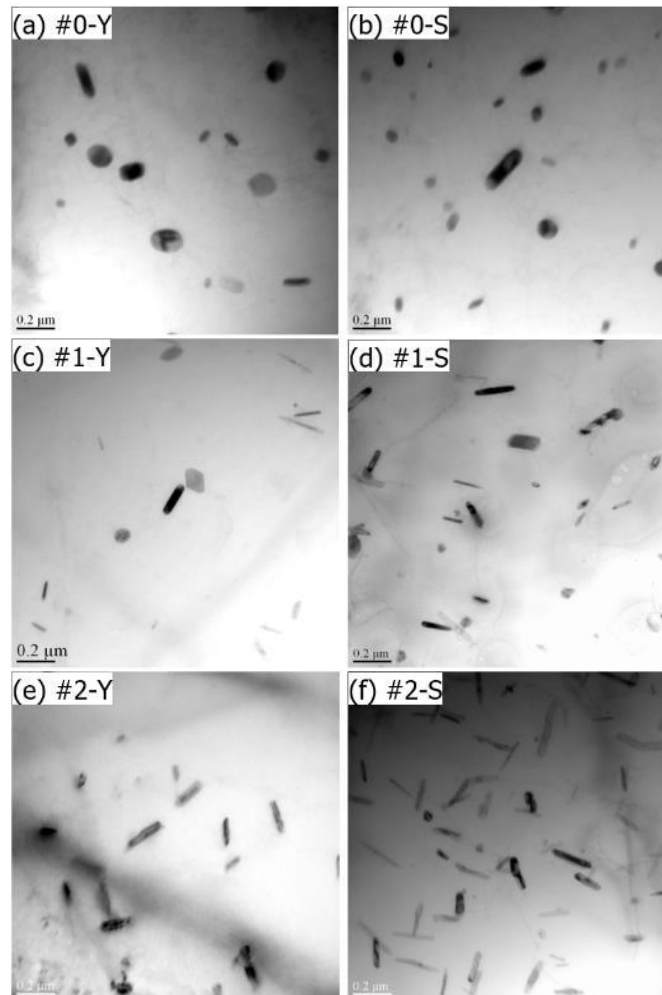
Figure 4.7 Images SEM de dispersoïdes dans des échantillons S pendant le traitement en solution pendant 2 heures (a, c, e, g, i correspondant aux alliages # 0, # 1, # 2, # 3, # 4) et 12 heures (b, d, f, h, j correspondant aux alliages # 0, # 1, # 2, # 3, # 4).

Les Figure 4.6 et Figure 4.7 montrent les détails de la zone dispersoïde avec SEM après solution traitée pendant 2 et 12 heures des alliages dans les échantillons Y et S-échantillons respectivement pour montrer l'évolution des dispersoïdes avec le temps de maintien. Comme différents dispersoïdes ont des réactions différentes à l'agent de gravure, les dispersoïdes dans l'alliage de base se sont révélés sous forme de trous; tandis que dans les alliages ajoutés en V, Zr ou / et Mo, la matrice semble être préférée pour être gravée que certains dispersoïdes, et les dispersoïdes dépassaient généralement de la surface de la matrice gravée plus profondément combinée à certains trous dans une plus ou moins grande mesure. Ces images montrent le processus de grossissement des dispersoïdes entre 2 heures et 12 heures de temps de maintien, ainsi que les effets de promotion et de raffinage des dispersoïdes induits par une vitesse de refroidissement plus élevée, puisque les échantillons S ont toujours les dispersoïdes avec une taille plus fine et une densité numérique plus élevée que le Y- échantillons.

En ce qui concerne la morphologie des dispersoïdes dans différents alliages, les alliages #0 ne contiennent que des dispersoïdes représentés par des trous arrondis, indiquant les dispersoïdes α -Al(Fe,Mn)Si classiques. Dans les alliages #1 et #2, la plupart des dispersoïdes présentent des morphologies en forme de bâtonnets, qui sont plus évidentes avec un temps de maintien prolongé. Les alliages #3 présentent des dispersoïdes presque

sphériques denses et fins qui se sont révélés être α -Al(Fe,Mn,Mo)Si [10]. En comparant les effets de différents éléments de transition, les alliages #3 avec ajout de Mo ont un grand avantage sur la densité et la taille du nombre de dispersoïdes par rapport aux alliages #0, #1 et #2.

Pour étudier les détails des dispersoïdes (type, morphologie, taille et densité en nombre) dans les états de dureté maximale, une enquête TEM est effectuée pour chaque état d'alliage, et la distribution des dispersoïdes dans la DZ des alliages expérimentaux est illustrée à la Figure 4.8.



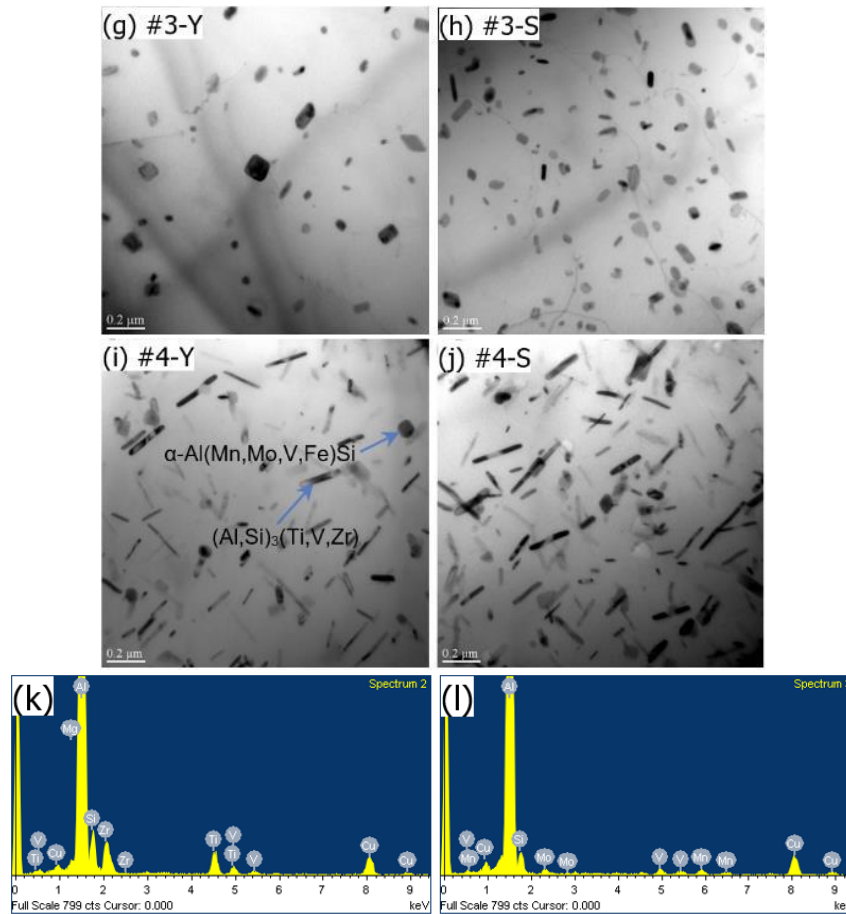


Figure 4.8 Images TEM révélant les dispersoïdes dans toutes les conditions d'alliage avec des échantillons Y et des échantillons S (a-j); Résultats TEM-EDS des dispersoïdes typiques $(\text{Al,Si})_3(\text{Ti,V,Zr})$ et $\alpha\text{-Al(Mn,Mo,V,Fe)Si}$ dispersoïdes (k-l).

Pour aider à l'identification des dispersoïdes, TEM-EDS a été utilisé pour analyser les compositions chimiques de différents types de dispersoïdes. En général, les dispersoïdes trouvés sous TEM peuvent être divisés en deux groupes: les dispersoïdes de type $\alpha\text{-Al(Mn,Fe)Si}$ avec une morphologie en bloc et les dispersoïdes de type $(\text{Al,Si})_3\text{M}$ avec une morphologie en forme de bâtonnet et leur distribution dans les alliages sont résumés dans le Tableau 4.4. La différence de morphologie entre ces deux types de dispersoïdes peut être expliquée par leurs structures cristallines cubiques et tétragonales D0_{22} / D0_{23} respectives [9, 12-14]. En outre, le diamètre équivalent global et les densités en nombre des dispersoïdes ont été analysés quantitativement sur la base de l'analyse d'image sur des

images TEM, avec des rapports des 2 types de dispersoïdes estimés empiriquement sur la base des résultats TEM-EDS dans chaque état d'alliage, comme indiqué dans Figure 4.9.

Tableau 4.4 Dispersoïdes confirmés par TEM dans différents alliages

Alliages	Dispersoïdes
#0	α -Al(Mn,Fe)Si
#1	α -Al(Mn,V,Fe)Si, (Al,Si) ₃ (Ti,V)
#2	(Al,Si) ₃ (Ti,Zr)*, α -Al(Mn,Fe)Si
#3	α -Al(Mn,Mo,Fe)Si
#4	(Al,Si) ₃ (Ti,V,Zr)*, α -Al(Mn,Mo,V, Fe)Si

* Dispersoïdes dominants

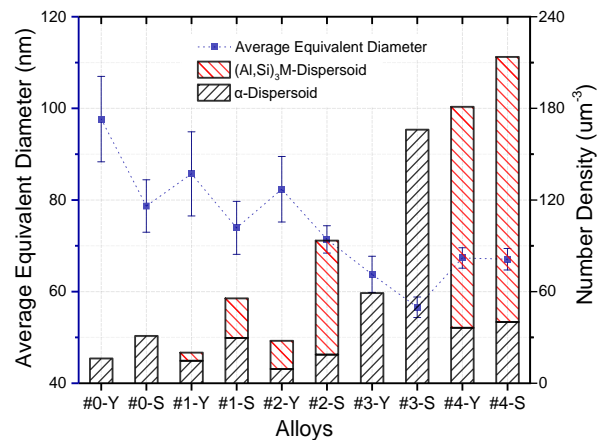


Figure 4.9 Diamètres équivalents moyens de dispersoïde et densité numérique dans différents alliages et moules

Dans les alliages de base #0, un certain nombre de dispersoïdes en forme de blocs sont apparus (Figure 4.8a-b), qui sont identifiés comme α -Al(Mn,Fe)Si, en raison de la présence de Mn dans l'alliage de base. Cependant, l'alliage de base a le plus grand diamètre moyen de dispersoïde (98 nm dans les échantillons Y et 79 nm dans les échantillons S) et la densité numérique la plus faible par rapport aux autres alliages.

Dans l'alliage #1 ajouté en V, la densité numérique des α -dispersoïdes en forme de bloc semble être similaire avec l'alliage de base mais avec une taille plus petite. De plus, les dispersoïdes en forme de bâtonnets (Al,Si)₃(Ti,V) se sont également formés (Figure 4.8c-

d). Les diamètres moyens des dispersoïdes sont de 86 nm dans les échantillons Y et de 74 nm dans les échantillons S, ce qui est modérément diminué par rapport à l'alliage #0. À la vitesse de refroidissement élevée (échantillons S), la proportion de dispersoïdes $(Al,Si)_3(Ti,V)$ est supérieure à celle de l'échantillon Y, qui est même similaire aux α -dispersoïdes.

Dans l'alliage #2 ajouté au Zr, un certain nombre de $(Al,Si)_3(Ti,Zr)$ avec une morphologie en forme de bâtonnet se sont formés à la place des α -dispersoïdes (Figure 4.8e-f). Puisque Zr a une solubilité très limitée dans Al, 0,083 at.% de solubilité solide à l'équilibre maximum et 0,0005 at.% À 400 °C [11], la densité numérique des dispersoïdes $(Al,Si)_3(Ti,Zr)$ formés dans le l'alliage #2 est relativement faible à la vitesse de refroidissement inférieure. Cependant, la formation de dispersoïdes $(Al,Si)_3(Ti,Zr)$ est fortement favorisée à une vitesse de refroidissement plus élevée et devient la majorité des dispersoïdes avec une densité en nombre relativement élevée (Figure 4.9) mais la formation de α -Al(Mn,Fe)Si dispersoïde semble être inhibé. On pourrait attribuer à ce que Zr réduit la solubilité du Mn [15] et consomme le précurseur des dispersoïdes α -Al(Mn,Fe)Si [16, 17]. Le diamètre moyen des dispersoïdes est de 82 nm dans les échantillons Y et de 71 nm dans les échantillons S, ce qui est légèrement plus petit que l'alliage #1.

L'addition de Mo dans l'alliage #3 a effectivement favorisé la formation de dispersoïdes α -Al(Mn,Mo,Fe)Si avec une morphologie en bloc, qui sont les seuls dispersoïdes trouvés dans la microstructure (Figure 4.8g-h). L'alliage a le plus petit diamètre de dispersoïde (65 nm dans les échantillons Y et 58 nm dans les échantillons S) parmi les cinq alliages. De plus, les densités en nombre de dispersoïdes dans l'alliage #3 augmentent considérablement par rapport aux alliages #0, #1 et #2. En outre, l'interaction idéale de Mo et Mn conduit également à la plus grande fraction DZ comme mentionné ci-dessus.

L'effet synergique de l'addition combinée de V, Zr et Mo dans l'alliage #4 est assez compliqué. De toute évidence, l'alliage produit le plus grand nombre de dispersoïdes fins

parmi les cinq alliages (Figure 4.8i-j). La taille moyenne du dispersoïde est d'environ 67 nm dans les échantillons Y et S, ce qui est remarquablement plus fin que les alliages #0, #1 et #2 mais légèrement plus grossier que l'alliage #3. Cependant, il a les densités en nombre les plus élevées parmi les cinq alliages (Figure 4.9). Probablement en raison de l'effet combiné de V et Zr, la plupart des dispersoïdes dans les alliages # 4 sont en forme de bâtonnet $(Al,Si)_3(Ti,V,Zr)$, qui sont préférés pour précipiter autour du centre des cellules de dendrite et la promotion des dispersoïdes α par Mo semble être affectée de manière similaire avec l'alliage #2. En conséquence, la fraction DZ dans l'alliage #4 n'est pas aussi grande que celle dans l'alliage #3.

En ce qui concerne la densité numérique des dispersoïdes, l'addition individuelle de V ou Zr dans les alliages # 1 et # 2 a une augmentation limitée par rapport à l'alliage de base. L'addition de Mo et l'addition combinée de V, Zr et Mo ont un impact important sur la densité numérique et ces deux alliages possèdent des densités numériques beaucoup plus élevées aux deux vitesses de refroidissement que les alliages # 0, # 1 et # 2. En raison de sa densité numérique la plus élevée de dispersoïdes fins, l'addition combinée de V, Zr et Mo induit le plus grand effet de durcissement parmi les cinq alliages. Pour les ajouts individuels de V, Zr ou Mo, la séquence de l'effet de durcissement dû au renforcement dispersoïde est $Mo > Zr > V$ (Figure 4.4a-b).

La vitesse de refroidissement élevée augmente la densité numérique et diminue la taille des dispersoïdes dans les 5 alliages. D'autre part, avec les ajouts de V et Zr dans les alliages #1, #2 et #4, il est également intéressant de noter que la vitesse de refroidissement élevée conduit généralement à une plus grande partie de la tige $(Al,Si)_3M$ dispersoïdes de type en raison de l'augmentation de la teneur en V, Zr et Ti en solution solide.

4.3 Propriétés mécaniques

Les essais de traction à 300 °C ont été réalisés avec des alliages après traitement T7 et stabilisation (500°C/2h + 520°C/4h + trempe à l'eau + 200°C/5h + 300°C/100h).

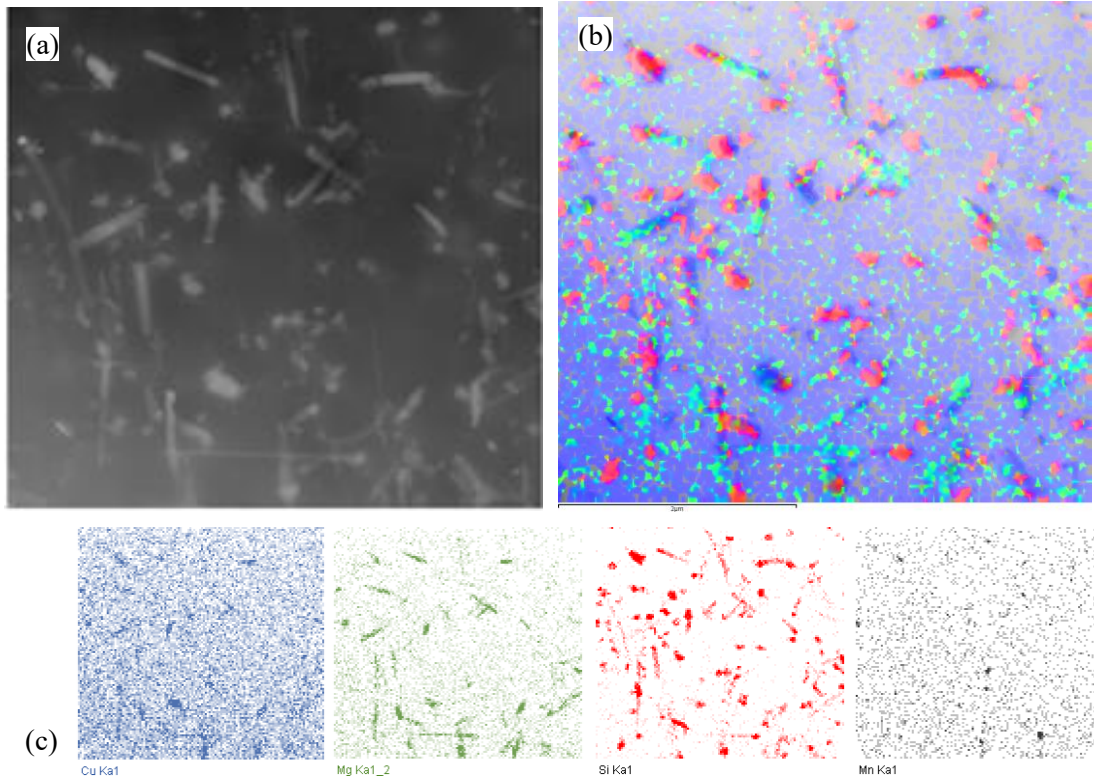


Figure. 4.10 (a) Image STEM de l'alliage T7 #0-Y après stabilisation à 300°C/100h. (b) Image de cartographie EDS mixte des éléments Cu (bleu), Mg (vert) et Si (rouge). (c) Résultats de cartographie EDS individuels de Cu, Mg, Si et Mn.

Comme on peut l'observer sur l'image STEM de la Figure. 4.10, après la stabilisation thermique, les phases de durcissement par vieillissement se sont extrêmement grossies et la plupart d'entre elles se sont transformées à l'état d'équilibre avec perte des orientations ordonnées. Les résultats de la cartographie EDS révèlent les accumulations simultanées d'éléments Mg, Si et Cu sur les gros précipités indiquant que les phases de durcissement par vieillissement sont des précipités de type Q-AlCuMgSi. Ces précipités ne sont pas thermiquement stables à 300°C et ils ont des tailles beaucoup plus grandes par rapport aux dispersoïdes contenant du Mn après stabilisation comme représenté dans la cartographie EDS de Mn. En conséquence, on pense que les précipités de Q-AlCuMgSi ont une contribution de renforcement limitée à haute température.

Les courbes d'écoulement de traction et les résultats de la limite d'élasticité (YS), de la résistance ultime (UTS) ainsi que du pourcentage d'allongement (EL%) sont présentés sur la Figure 4.11 et le Tableau 4.5.

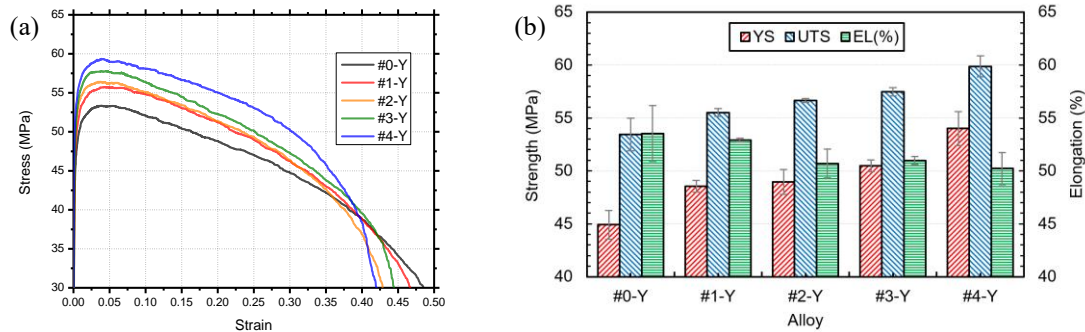


Figure 4.11 (a) Courbes d'essai de traction d'échantillons Y à 300°C, (b) mesures des propriétés YS, UTS et EL.

Tableau 4.5 Résultat du test de traction 300°C de l'alliage # 4-Y

Alloy	YS (MPa)	UTS (MPa)	EL(Pct.)
#0-Y	44.91±1.37	53.44±1.54	53.54±2.65
#1-Y	48.53±0.56	55.51±0.37	52.92±0.19
#2-Y	48.95±1.17	56.65±0.17	50.68±1.35
#3-Y	50.47±0.55	57.48±0.39	50.98±0.36
#4-Y	54.00±1.61	59.87±0.98	50.21±1.51
#0-S	50.64±3.94	60.47±0.96	67.13±3.76

L'alliage #0 est un alliage de type 356 modifié au Mn avec une bonne ductilité par rapport aux alliages sans Mn contenant 356 rapportés dans la littérature [7], car les intermétalliques β -Fe sont transformés en phases intermétalliques α moins préjudiciables par Mn. On constate que tout ajout d'éléments de transition dans l'alliage #0 provoque une augmentation de la limite d'élasticité /limite d'élasticité avec une réduction de l'allongement à 300°C comme le montre la Figure 4.11. Les effets de renforcement des éléments sur les résistances montrent une bonne concordance avec leurs effets sur la microdureté, par exemple Mo>Zr>V Bien que le V ait une influence moins néfaste que Zr ou Mo sur l'allongement dans l'essai de traction à haute température.

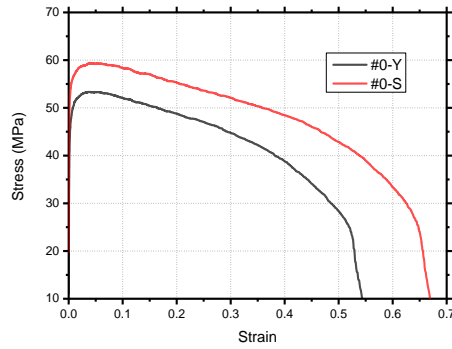
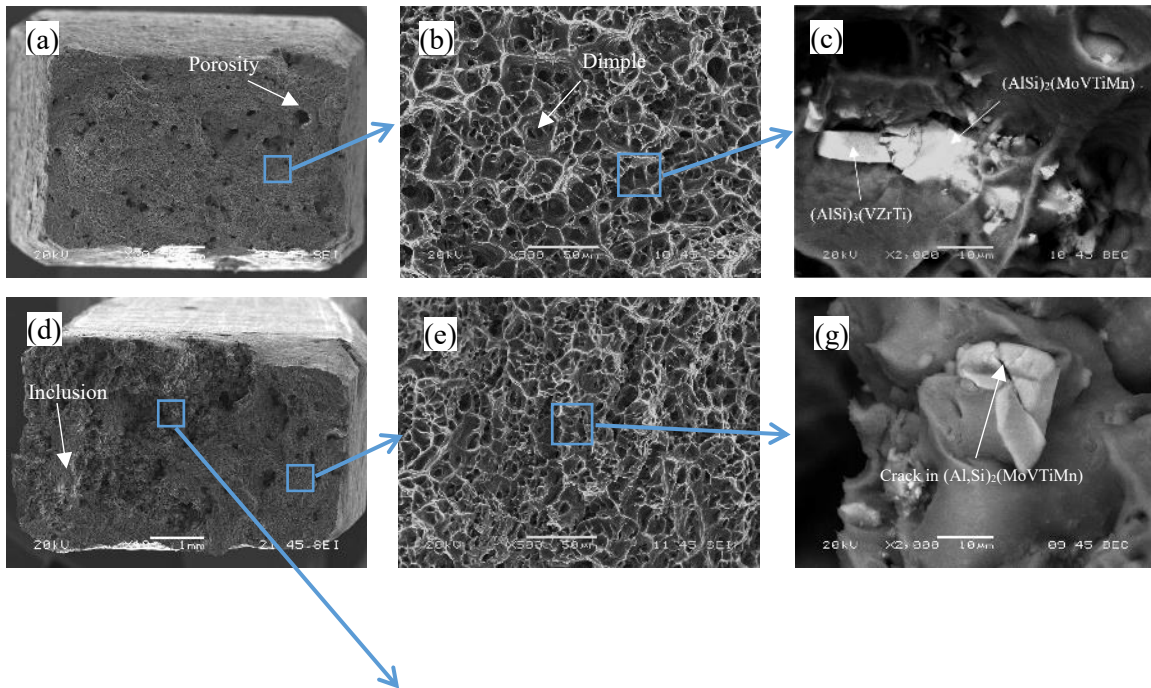


Figure 4.12 Courbes de traction de l'alliage # 0 à différentes vitesses de refroidissement.

Étant donné que les échantillons S dans les travaux actuels contiennent généralement des défauts graves tels que des porosités et des inclusions qui sont nuisibles aux propriétés de l'alliage, des données limitées pourraient être utilisées pour faire des comparaisons valables avec des échantillons Y. Ici, une courbe de traction représentative d'un échantillon S moins défectueux d'alliage #0 est utilisée pour décrire l'influence d'une vitesse de refroidissement élevée sur les propriétés de l'alliage, comme présenté sur la Figure 4.12. L'échantillon S avec une vitesse de refroidissement plus élevée pendant la solidification montre de bien meilleures performances YS/UTS/EL par rapport à l'échantillon Y.



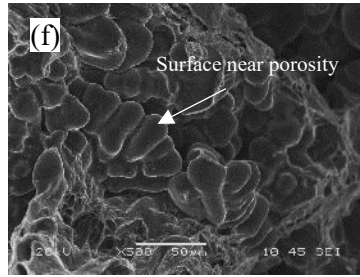


Figure 4.13 Micrographies électroniques secondaires de la surface de fracture par traction à 300°C d'alliages #4-Y (a)(b) et #4-S ainsi que micrographies électroniques rétrodiffusées de grands intermétalliques en alliages #4-Y (c) et #4-S (g).

Des images SEM typiques de fractures de traction à haute température à partir d'alliages #4 sont illustrées à la Figure 4.13. Les alvéoles uniformément réparties montrent une bonne ductilité de l'alliage, et les échantillons S ont généralement des structures d'alvéoles plus fines par rapport aux échantillons Y, comme le montre la Figure 4.13 (b)(e). Alors que certains grands intermétalliques pro-eutectiques $(\text{AlSi})_3(\text{TiVZr})$ et $(\text{AlSi})_2(\text{MoVTiMn})$ mentionnés ci-dessus, ont souvent servi à l'origine de l'accumulation de contraintes et de la fracture, comme le montre la Figure 4.13 (c)(g), ce qui est considéré comme la raison pour laquelle les éléments de transition contenant des alliages ont un allongement inférieur à celui de l'alliage #0. En règle générale, les échantillons S ont plus de porosités de coulée et d'inclusions dans la microstructure, comme le montre la Figure 4.13 (d) avec les surfaces ou vides non alvéolaires généralement autour des défauts graves indiquant une articulation faible des microstructures dendritiques (Figure 4.13 f), ce qui peut conduire à des propriétés dégradées.

4.4 Analyse des contributions des différents mécanismes de renforcement sur les propriétés finales de l'alliage 356

Pour étudier plus en détail les contributions des différents éléments de transition et des vitesses de refroidissement sur les propriétés à haute température, les alliages modifiés par les éléments de transition ont été considérés comme renforcés par des mécanismes de

renforcement en solution, de renforcement dispersoïde et de renforcement de la taille des grains (Hall-Petch).

La limite d'élasticité globale pourrait s'écrire comme suit:

$$\sigma_y = \sigma_m + \Delta\sigma_{ss} + \Delta\sigma_{HP} + \Delta\sigma_{disp} \quad (4.1)$$

Où σ_y est la limite d'élasticité; σ_m est la résistance de la matrice estimée sur la base de l'alliage #0, et la contribution des précipités θ' ou Q est également considérée comme une partie de la résistance de la matrice; $\Delta\sigma_{ss}$ est la contribution au renforcement de la solution résultant des ajouts de V, Zr et Mo; $\Delta\sigma_{HP}$ est la contribution au renforcement de Hall-Petch et $\Delta\sigma_{disp}$ est la contribution au renforcement des dispersoïdes.

4.5.1 Renforcement en solution solide

On s'attend à ce que les éléments d'alliage qui ont des tailles ou des modules de cisaillement différents avec des atomes de matrice contribuent au renforcement de la solution solide par le biais de champs de déformation locaux (déformation du réseau -5,6%, 11,9% et -2,1% pour V, Zr et Mo dans Al, respectivement). En général, la contribution à la limite d'élasticité des atomes de soluté peut être facilement présentée comme [18]

$$\Delta\sigma_{ss} = HC^\alpha \quad (4.2)$$

Où, C est la concentration (wt.%) des atomes de soluté, H et α sont des constantes. Malheureusement, la recherche sur le renforcement en solution solide de V, Zr et Mo dans les alliages d'Al est encore limitée. Alors que, en raison de la formation de dispersoïdes et de l'existence d'intermétalliques non dissous, ainsi que des solubilités solides limitées de V, Zr et Mo dans la matrice Al, les contributions de renforcement de la solution des trois éléments sont ignorées dans les travaux actuels.

4.5.2 Renforcement de Hall-Petch

La vitesse de refroidissement pourrait influencer la granulométrie et le SDAS de 356 alliages. Un système EBSD fixé sur SEM a été utilisé pour déterminer la taille des grains afin d'étudier l'influence de la vitesse de refroidissement et des éléments de transition. La désorientation $>15^\circ$ a été définie comme le critère des joints de grains. Les résultats de la cartographie EBSD de chaque alliage d'échantillon Y et d'alliage #4 d'échantillon S provenant d'un moule en feuille mince sont illustrés à la Figure 4.14 à titre d'exemples. Les granulométries moyennes calculées sont indiquées dans le Tableau 4.6.

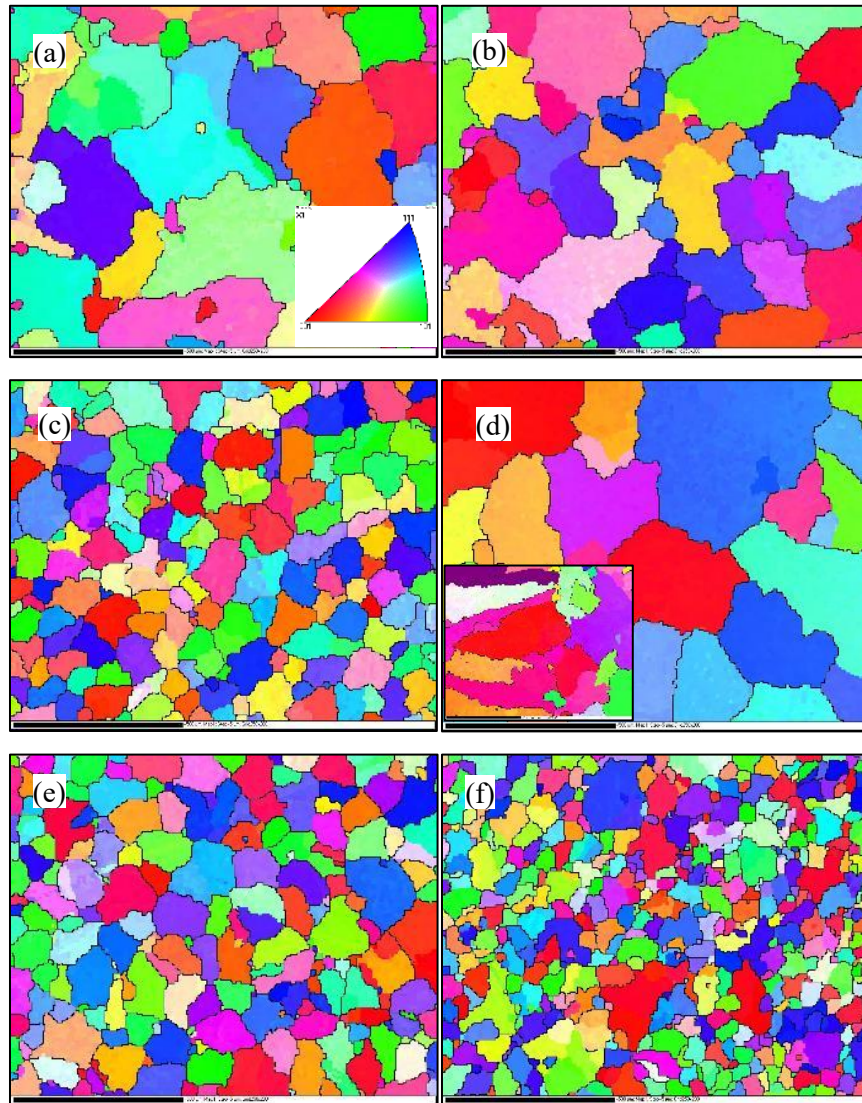


Figure 4.14 Résultats de la cartographie EBSD des alliages (avec grid 250×200 , step size $3\mu\text{m}$) (a) #0-Y, (b) #1-Y, (c) #2-Y, (d) #3-Y, (e) #4-Y, (f) #4-S

Tableau 4.6 Diamètres moyens des grains calculés et contributions de renforcement respectives

	Diamètre d (um)					Calculated $\Delta\sigma_{HP}$ (MPa)				
	#0	#1	#2	#3	#4	#0	#1	#2	#3	#4
Échantillon Y	151	136	79	193	87	0.00	0.30	2.12	-0.64	1.76
Échantillon S	115	103	52	146	54	0.81	1.17	3.90	0.09	3.72

L'ajout de Zr a eu le meilleur effet de raffinage du grain dans l'alliage 356, V avait un effet relativement limité sur la taille du grain, cependant, le Mo avait un effet poison évident sur le raffinage du grain avec certaines zones montrant même des structures de grain en colonne dans les échantillons S, indiquant l'augmentation de colonne à équiaxe les distances de transition équiaxes (CET) de la surface du moule (Fig. 4.14d). La raison pourrait être que Mo ne pourrait ni former les particules pro-péritectiques primaires fournissant efficacement des sites de nucléation hétérogènes potentiels comme Ti et Zr ni augmenter la surfusion constitutionnelle plus grande comme V, ce qui est plus important, la précipitation de pro-eutectique $(AlSi)_2(MoTiMn)$ ont consommé des éléments Ti comme raffineur de grain lors de la solidification [1, 19, 20]. Toutes les raisons conduisent simultanément aux plus grandes tailles de grain dans les alliages #3.

La contribution du renforcement granulométrique à température ambiante pourrait être calculée selon la relation Hall-Petch [21]:

$$\Delta\sigma_{HP} = k_y \Delta(d^{-1/2}) \quad (4.3)$$

où k_y est le coefficient de Hall-Petch des alliages d'Al ($k_y = 68 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{0.5}$) et d est la taille moyenne des grains [22]. Les contributions calculées au renforcement granulométrique dans différents alliages sur la base de l'alliage # 0-Y ont été présentées dans le Tableau 4.6.

Cependant, à haute température, les joints de grains des alliages d'Al deviendront plus doux qu'à température ambiante, ce qui signifie que leurs effets de restriction de dislocation

diminueront, de sorte que les contributions au renforcement de la taille des grains à haute température seront inférieures aux attentes en théorie.

4.5.3 Dispersoid strengthening

Pour calculer les contributions des dispersoïdes, la méthode évoquée par Li et Arnberg [23] avec une modification a été utilisée pour estimer la fraction volumique des dispersoïdes. En supposant que les dispersoïdes sont en forme de tétragone ($a = b \leq c$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$), répartis aléatoirement dans la zone dispersoïde, et les dispersoïdes sont séparés manuellement une fois superposés.

Le facteur de forme K , peut être calculé par l'équation suivante ($k = a/c = b/c$, $0 < k \leq 1$).

$$K = \frac{\bar{V}}{\bar{A}\bar{D}} = \frac{\sqrt{2\pi}k^2}{(k^2+2k)^{1.5}} \quad (4.4)$$

Ensuite, la fraction volumique des dispersoïdes peut être calculée par

$$V_V = A_A \frac{\bar{K}\bar{D}}{\bar{K}\bar{D}+t} (1 - A_{PFZ}) \quad (4.5)$$

où, A_A et A_{PFZ} sont la fraction de surface des dispersoïdes dans l'image TEM et la fraction de surface de PFZ, respectivement, et t est l'épaisseur de la zone observée dans la feuille TEM. Dans les travaux actuels, la technique de diffraction par faisceau d'électrons convergents (CBED) a été utilisée pour estimer l'épaisseur des échantillons TEM.

En raison de la taille relativement grande des particules de dispersoïdes, le mécanisme de contournement d'Orowan sera appliqué pour calculer la contribution du mécanisme de renforcement des dispersoïdes sur la limite d'élasticité [14]

$$\Delta\sigma_{Disp} = \frac{0.84Mgb}{2\pi(1-\nu)^{1/2}\lambda} \ln \frac{r}{b} \quad (4.6)$$

$$\lambda = r \left(\frac{2\pi}{3f} \right)^{1/2} \quad (4.7)$$

Où, le facteur de Taylor pour la matrice polycristalline fcc, $M=3,06$; G est le module de cisaillement de la matrice Al (diminution de 25,4 GPa à température ambiante à 21,1 GPa à 300 °C [24]); le vecteur burgers d'aluminium $b = 0.286$ nm; et ν est le rapport Poisson égal à 0,33 pour l'aluminium. λ est l'espacement inter-particules des dispersoïdes; r est le rayon moyen et f est la fraction volumique des dispersoïdes. Les contributions de renforcement des dispersoïdes calculées de chaque alliage sont présentées dans le Tableau 4.7.

Tableau 4.7 Résultats des contributions de renforcement des dispersoïdes à 300°C et à température ambiante dans divers alliages

Alliage	#0-Y	#0-S	#1-Y	#1-S	#2-Y	#2-S	#3-Y	#3-S	#4-Y	#4-S
A_A (%)	2.51	3.12	2.49	4.81	3.24	7.74	5.17	7.99	14.15	13.76
K	0.38	0.37	0.34	0.33	0.34	0.31	0.41	0.40	0.31	0.31
D (nm)	97.65	78.67	85.69	73.90	82.33	71.39	63.76	56.57	67.33	67.05
N_v (um ⁻³)	16	31	20	56	28	93	59	166	181	214
f/V_v (%)	0.14	0.17	0.20	0.36	0.25	0.50	0.35	0.72	0.82	1.02
λ (nm)	1898	1375	1374	895	1199	733	781	484	538	481
$\Delta\sigma_{Disp}$ @300°C (MPa)	4.51	5.75	5.94	8.63	6.71	10.39	9.31	14.29	13.82	15.44
$\Delta\sigma_{Disp}$ @RT (MPa)	5.43	6.92	7.15	10.39	8.07	12.50	11.21	17.21	16.63	18.58

4.5.4 Résumé des effets de renforcement

En conclusion, la limite d'élasticité estimée et expérimentale des alliages en forme de Y a été démontrée sur la Figure 4.15. En termes de tendance, le calcul et les données mesurées sont en bonne coïncidence pour les échantillons Y, et les facteurs des écarts doivent consister en un renforcement de la solution solide ignoré à partir d'éléments de transition, une influence ignorée des éléments de transition sur les comportements de précipitation des phases de durcissement par le vieillissement (Q' or β'), et effet de renforcement de la granulométrie surestimé, etc...

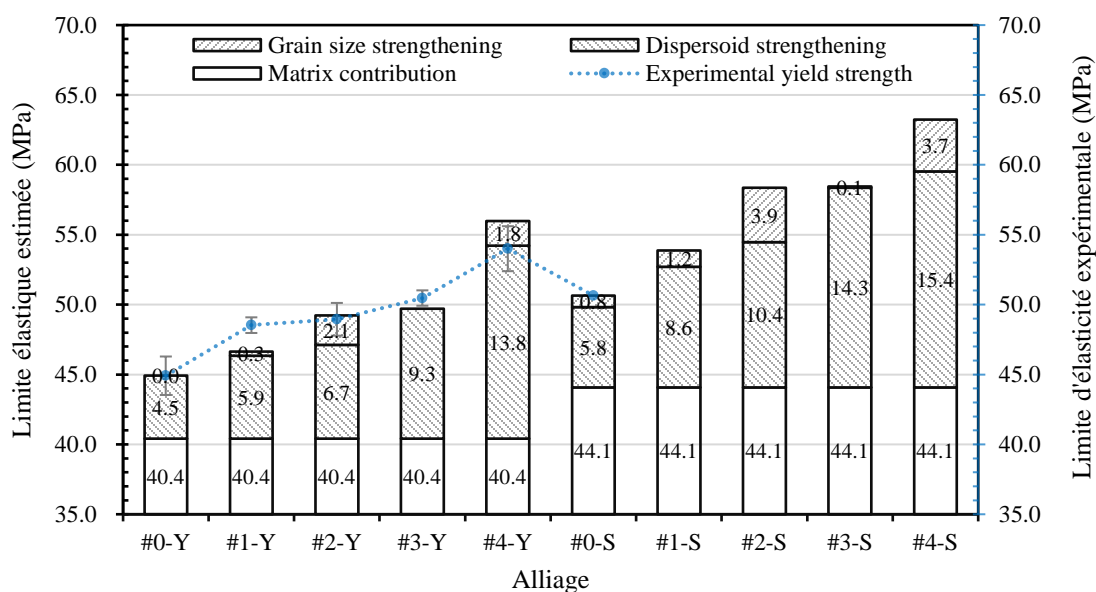


Figure 4.15 Limite élastique estimée et expérimentale des alliages de moules en forme de Y à 300°C.

Compte tenu de la limite d'élasticité à la traction à 300°C, les contributions de renforcement des dispersoïdes dans divers alliages à échantillon Y vont de 10% dans l'alliage #0 à 25% de la limite d'élasticité globale dans l'alliage # 4. Tandis que la vitesse de refroidissement plus élevée a toujours des effets positifs sur les propriétés à haute température grâce au renforcement accru du dispersoïde, au renforcement de la taille des grains et à la résistance de la matrice. Selon le calcul, les limites d'élasticité de certains alliages à échantillon S devraient être d'environ 60 MPa en supposant qu'il n'y ait pas de défauts de coulée lourds dans l'échantillon, ce qui sera une propriété très élevée pour un alliage de type 356.

4.5 Sommaire

Les V, Zr et Mo individuels et combinés ont été ajoutés à des alliages de type 356. La composition et la morphologie des dispersoïdes formés dans divers alliages au cours du traitement en solution en 2 étapes ont été démontrées en utilisant SEM/TEM avec EDS. Des essais de traction à 300°C ont été réalisés pour comparer les effets de différents éléments de transition sur les propriétés mécaniques à haute température.

1. L'addition de V peut conduire à la précipitation de dispersoïdes $(Al, Si)_3(Ti, V)$ et V peut également s'accumuler dans des dispersoïdes $\alpha-Al(Mn, V, Fe)Si$, tandis que Zr favorise principalement la précipitation de $(Al, Si)_3(Ti, Zr)$. Le Mo peut promouvoir efficacement la précipitation des dispersoïdes $\alpha-Al(Mn, Mo, Fe)Si$. L'addition combinée de V, Zr et Mo favorise les précipitations de dispersoïdes $\alpha-Al(Mn, Mo, V, Fe)Si$ et $(Al, Si)_3(Ti, V, Zr)$.
2. L'addition combinée de V, Zr et Mo a le meilleur effet de durcissement que les autres en raison de sa contribution de renforcement de dispersion la plus élevée. Pour les ajouts individuels de V, Zr ou Mo, la séquence de l'effet de durcissement dû au renforcement dispersoïde est $Mo > Zr > V$.
3. Zr est plus efficace sur le raffinage du grain de l'alliage de type 356 que V. Cependant, le Mo a des effets néfastes sur le raffinage du grain.
4. La vitesse de refroidissement élevée réduit non seulement le SDAS, la taille des grains et la fraction des phases intermétalliques dans la microstructure telle que coulée, mais affine également la taille des dispersoïdes et augmente la densité numérique des dispersoïdes dans tous les alliages pendant le traitement en solution. Une vitesse élevée de refroidissement peut améliorer remarquablement la résistance des alliages de type 356.

Références

1. J. Rakhmonov, G. Timelli, F. Bonollo. *Mater. Charact.* **128**, 100-108 (2017).
2. J. Rakhmonov, G. Timelli, A. Fabrizi, F. Bonollo. *International Journal of Materials Research.* **109**, 1099-1112 (2018).
3. B. Huber, H. S. Effenberger, K. W. Richter. *Intermetallics.* **18**, 606-615 (2010).
4. C. Guo, C. Li, P. J. Masset, Z. Du. *Calphad.* **36**, 100-109 (2012).
5. C. E. Ramberg, W. L. Worrell. *J. Am. Ceram. Soc.* **83**, 946-948 (2000).
6. T. Gao, D. Li, Z. Wei, X. Liu. *Mater. Sci. Eng., A.* **552**, 523-529 (2012).
7. A. R. Farkoosh, X. Grant Chen, M. Pekguleryuz. *Mater. Sci. Eng., A.* **620**, 181-189 (2015).
8. L. Jin, K. Liu, X. G. Chen. *J. Mater. Eng. Perform.* (2020).
9. A. R. Farkoosh, X. Grant Chen, M. Pekguleryuz. *Mater. Sci. Eng., A.* **627**, 127-138 (2015).
10. S. Chen, K. Liu, X. G. Chen. *J. Mater. Res.* **34**, 3071-3081 (2019).
11. K. E. Knipling. Development of a nanoscale precipitation-strengthened creep-resistant aluminum alloy containing trialuminide precipitates. DOCTOR OF PHILOSOPHY PhDT, Northwestern University, 2006.
12. S. Yamaguchi. *Keikinzoku.* **38**, 228-238 (1988).
13. T. Gao, A. Ceguerra, A. Breen, X. Liu, Y. Wu, S. Ringer. *J. Alloys Compd.* **674**, 125-130 (2016).
14. Y. Li, A. Muggerud, A. Olsen, T. Furu. *Acta Mater.* **60**, 1004-1014 (2012).
15. L. L. Rokhlin, N. R. Bochvar, I. E. Tarytina, N. P. Leonova. *Russian Metallurgy (Metally).* **2010**, 241-247 (2010).
16. L. Lodgaard, N. Ryum. *Materials Science and Engineering: A.* **283**, 144-152 (2000).

17. C. Li. Precipitation behaviors of dispersoids induced from transition elements (Mn, Sc and Zr) and their effect on recrystallization resistance in AA6082 alloys. Mémoire de maîtrise, Université du Québec à Chicoutimi, 2018.
18. E. L. Huskins, B. Cao, K. T. Ramesh. Materials Science and Engineering: A. **527**, 1292-1298 (2010).
19. M. A. Easton, D. H. StJohn. Acta Mater. **49**, 1867-1878 (2001).
20. M. A. Easton, M. Qian, A. Prasad, D. H. StJohn. Curr. Opin. Solid State Mater. Sci. **20**, 13-24 (2016).
21. N. Hansen. Scripta Mater. **51**, 801-806 (2004).
22. S. Ma, X. Wang. Mater. Sci. Eng., A. **754**, 46-56 (2019).
23. Y. J. Li, L. Arnberg. Acta Mater. **51**, 3415-3428 (2003).
24. J. Qin, Z. Zhang, X. G. Chen. Metallurgical and Materials Transactions A. **47**, 4694-4708 (2016).

CHAPITRE 5 EFFET DES ÉLÉMENTS DE TRANSITION ET DES TRAITEMENTS THERMIQUES SUR LES PROPRIÉTÉS À HAUTE TEMPÉRATURE DE 224 ALLIAGES

Les alliages Al-Si présentent des inconvénients sur les performances à haute température dans la nature, tandis que les alliages Al-Cu 224 ont généralement des résistances plus élevées à la fois à température ambiante et à hautes températures, ce qui est un candidat de matériau de culasse de moteur automobile de nouvelle génération. En outre, les éléments de transition sont bénéfiques pour la stabilité thermique des précipités. Ce chapitre étudie les effets de Zr, V ainsi que Sc sur les propriétés à haute température et l'évolution des microstructures de 224 alliages.

5.1 Microstructures telles que coulées et mises en solution

Les microstructures à l'état de coulée de tous les alliages sont composées d'une matrice α -Al équiaxe et de divers intermétalliques. Après gravure électrique, les structures des grains sont révélées, comme illustré à la Figure 5.1. Les effets de poison sur le raffinement des grains causés par les ajouts d'éléments de transition ont été observés avec la séquence $(\text{Sc}+\text{Zr}) \approx (\text{V}+\text{Zr}) \approx \text{V} > \text{Zr}$ dans la présente étude, et les tailles de grain moyennes des différents alliages sont présentées dans le Tableau 5.1. L'effet poison de Zr, Sc et V sur le raffineur de grains Al-5Ti-B a été étudié en affectant les particules de TiB_2 ou les morphologies de croissance cristalline Al_3Ti [1-5]. L'alliage O et l'alliage A présentent des morphologies de grains de forme plus globulaire, bien que certains bras dendritiques primaires puissent être observés mais sans preuve de bras dendrites secondaires. Cependant, dans les 3 autres alliages, les structures de grains dendritiques évidentes sont observées et existe une certaine

quantité de bras de dendrite secondaire. Les résultats suggèrent que l'alliage maître Al-Ti(-C) pourrait être un choix compétitif en plus de l' Al-5Ti-B en tant que raffineur de grain dans le système d'alliage de type 224.

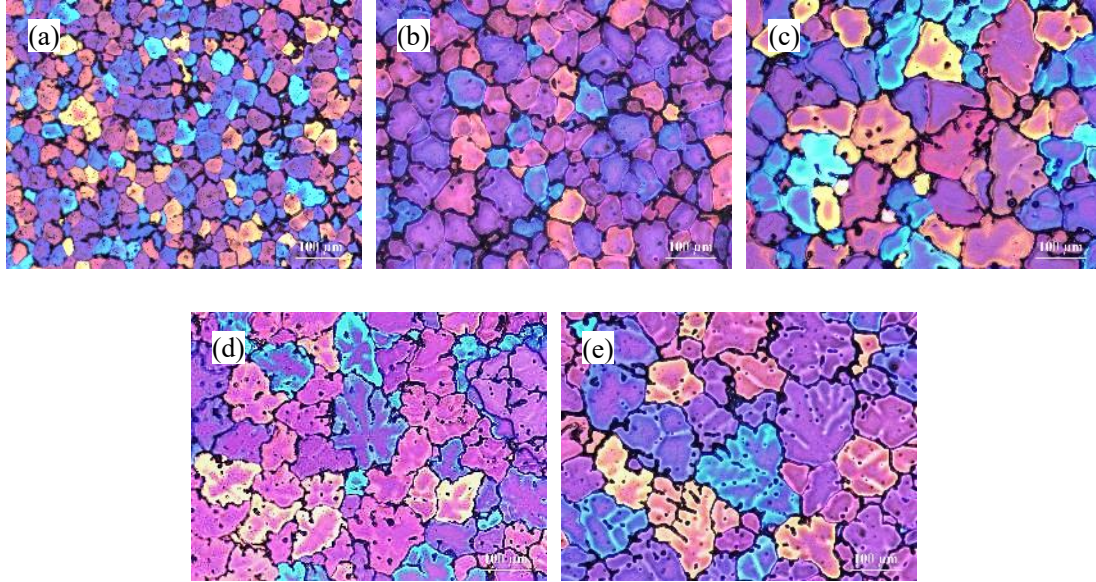


Figure 5.1 (a~e) De coulée structures de grains de l'alliage O ~ D après anodisé avec 3,0% d'acide fluoroborique dans l'eau, (20/25 V dc, 2 min) sous la teinte de lumière et sensible à la polarisation.

Tableau 5.1 Granulométrie moyenne mesurée des différents alliages

Alliage	O	A	B	C	D
Granulométrie moyenne D/ μm	43.1 \pm 3.3	57.5 \pm 3.1	86.9 \pm 6.6	82.1 \pm 6.3	92.6 \pm 5.1

L'alliage O, A, B, C a des compositions intermétalliques similaires à la fois dans les conditions de coulée et de traitement en solution. Les phases intermétalliques existant dans les alliages O, A, B, C sont constituées principalement de $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$, $\text{Al}_7\text{Cu}_2(\text{Fe},\text{Mn})$ avec rarement des phases $\alpha\text{-Al}(\text{Fe},\text{Mn})\text{Si}$ à l'état tel que coulé. La plupart des phases $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ se sont dissoutes au cours du traitement en solution en 2 étapes, ne laissant que les phases à peine solubles contenant du Fe, $\text{Al}_7\text{Cu}_2(\text{Fe},\text{Mn})$ et quelques phases $\alpha\text{-Al}(\text{Fe},\text{Mn})\text{Si}$ dans la matrice, comme le montre la Figure 5.2 (a). Remarquablement, l'addition individuelle et combinée de Zr et V n'a pas conduit à la formation notable de phases intermétalliques supplémentaires comme $\text{Al}_3(\text{Ti},\text{V},\text{Zr})$ même à l'état coulé, ce qui signifie que presque tous

les atomes de Zr et V sont sursaturés dans la matrice en aluminium, ce qui implique un rendement élevé de ces éléments.

Contrairement aux 4 autres alliages, en plus des intermétalliques mentionnés ci-dessus, l'alliage D contient également une phase W-(Al-Cu-Sc) prédominante unique qui s'est formée pendant le processus de solidification à faible taux de solidification et est à peine soluble lors de la solution traditionnelle. traitement [6]. Après le traitement en solution, beaucoup de phases fragmentées de W-(Al-Cu-Sc) se répartissent le long des limites de la dendrite comme le montre la Figure 5.2 (b). L'efficacité de Sc et Cu dans l'alliage D n'est pas dans un état idéal par rapport aux autres alliages.

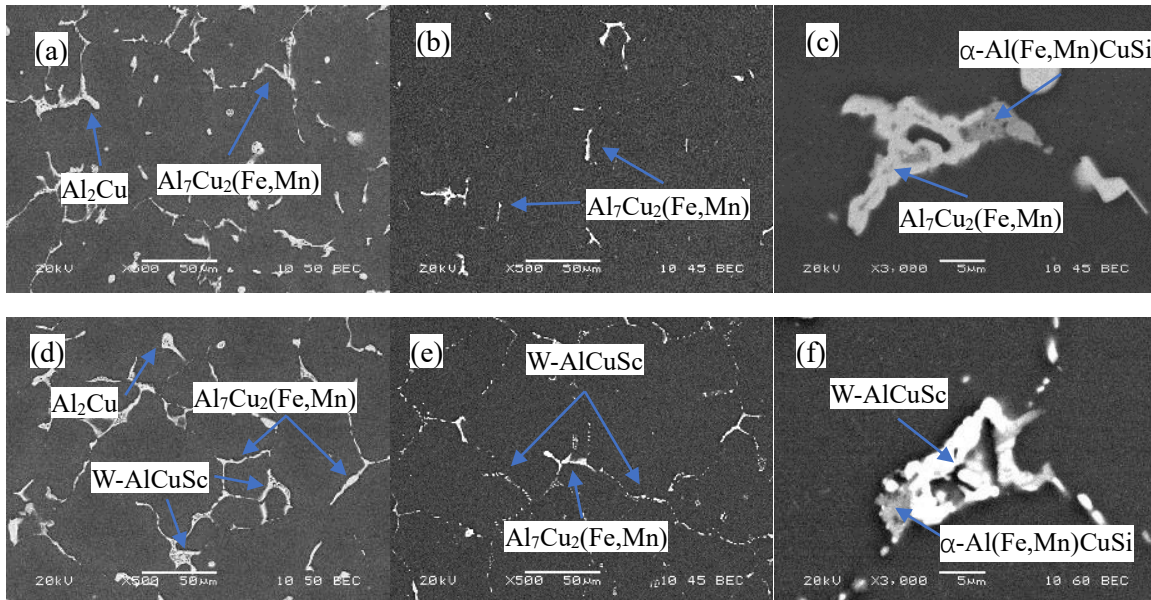


Figure 5.2 Rétrodiffusée SEM images de phases intermétalliques typiques de (a) de coulée en alliage de C, (b) solution traitée en alliage C et (c) des composés intermétalliques mixtes en alliage C. (d) de coulée en alliage D, (e) traité en solution Alliage D et (f) intermétalliques mixtes dans l'alliage D.

Les résultats des essais de microdureté des alliages coulés et SHT sont présentés sur la Figure 5.3(a). La dureté des alliages à l'état coulé révèle leur renforcement en solution solide. L'alliage C est le plus dur conformément aux attentes, suivi de l'alliage D renforcé par Zr et Sc mais avec un certain sacrifice de la teneur en Sc et Cu. Les alliages B sont un peu plus durs que l'alliage A, ce qui est raisonnable étant donné que la teneur en V dans

l'alliage B est supérieure à Zr dans l'alliage A. L'alliage O en tant qu'alliage de base est le plus bas comme prévu.

Les incréments de dureté de l'état de coulée à l'état SHT dans les alliages O, A, B et C sont très similaires, ce qui devrait être principalement attribué à l'augmentation du degré de sursaturation de Cu en raison de la dissolution des phases Al_2Cu pendant le traitement en solution. Alors que les éléments de transition induits par les dispersoïdes peuvent ne pas avoir de contribution évidente sur la microdureté à température ambiante comme nous le voyons. L'augmentation plus faible de l'alliage D suggère moins de dissolution du Cu dans une solution solide, bien que les dispersoïdes $Al_3(Sc,Zr)$ dans l'alliage D puissent avoir des contributions positives.

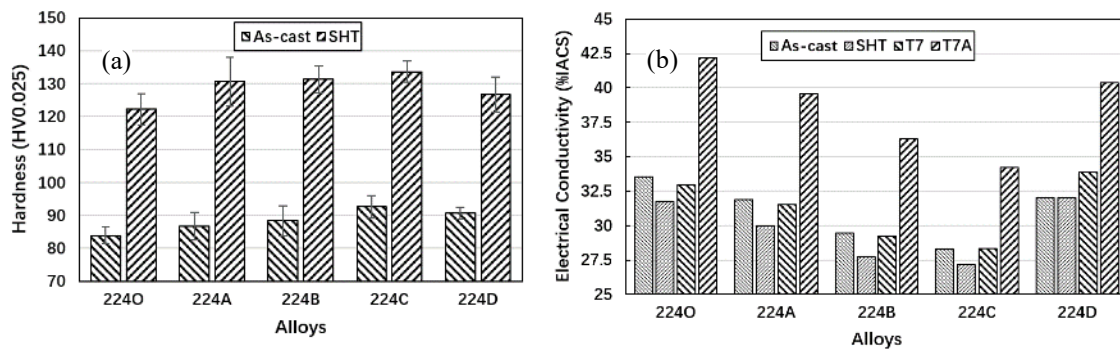


Figure 5.3 (a) Résultats des essais de microdureté (HV) des alliages aux états de coulée et SHT, (b) Résultats de conductivité électrique (CE) des alliages à divers états.

Les résultats de conductivité électrique (EC) des alliages dans 4 conditions sont présentés sur la Figure 5.4 (b). La comparaison globale de la CE montre: $CE_{(Alliage\ O)} \approx CE_{(Alliage\ D)} > CE_{(Alliage\ A)} > CE_{(Alliage\ B)} > CE_{(Alliage\ C)}$. Les effets de réduction des ajouts individuels et combinés de V, Zr sur la CE sont bien représentés, suggérant leur bonne efficacité en solution solide. L'évolution des mesures de EC dans différentes conditions démontre que les éléments se dissolvent et précipitent dans la solution solide. La diminution de la EC entre l'état coulé et l'état SHT indique principalement la dissolution du Cu dans la matrice d'aluminium. Les incréments dans les états T7 et T7A indiquent la précipitation des phases de durcissement par vieillissement à partir de la matrice et du processus de grossissement.

Cependant, tant la simulation que les expériences suggèrent que les phases W-AlScCu peuvent se former pendant la solidification et le traitement traditionnel en solution [7, 8], bien qu'elles puissent être supprimées par l'addition de Fe [9]. En conséquence, lors du traitement en solution de l'alliage D, la dissolution des phases θ' -Al₂Cu (EC décroissante) et la formation de phase intermétallique W-AlScCu ainsi que des dispersoïdes (EC croissante) se produisent simultanément et semblent atteindre un équilibre qui conduit à des valeurs CE très similaires entre les états tel que coulé et SHT de l'alliage D.

5.2 Propriétés mécaniques dans différentes conditions

5.2.1 Essais de compression à l'état T7

Les essais de compression à la fois à température ambiante et à 300°C ont été réalisés pour les alliages avec traitement T7. Les vraies courbes de déformation-contrainte à température ambiante sont montrées sur la Figure 5.5 (a) avec les limites d'élasticité respectives (prises comme point d'écoulement décalé de 0,2%) répertoriées sur la Figure 5.5 (b). Les courbes de compression à température ambiante de l'alliage O, A, B, C traité au T7 sont assez similaires et présentent des avantages notables par rapport à l'alliage D et les mêmes tendances se reflètent également dans la limite d'élasticité. Les contraintes de compression des alliages à l'état T7 augmentent de manière monotone avec la déformation à température ambiante. Cependant, les courbes de compression à 300 °C atteignent un point de pointe à la déformation autour de 1,25%, suivi d'une étape de dépression comme le montre la Figure 5.6 (a), en raison de la nature instable des fines phases de précipitation à haute température. La séparation des courbes de compression est généralement plus évidente entre les 5 alliages à 300 °C, en raison des différentes stabilités thermiques de différentes microstructures dans différents alliages, et les limites d'élasticité réduisent généralement à environ la moitié des valeurs à température ambiante comme le montre la Figure 5.6 (b). Un détail important est que la pénurie d'alliage D à 300°C (~16% de moins que l'alliage O)

est relativement réduite par rapport à celle à température ambiante (~4% de moins que l'alliage O).

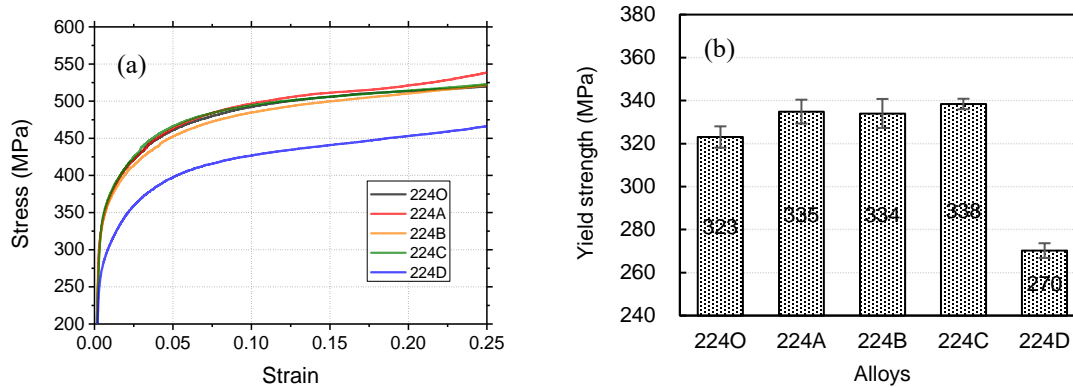


Figure 5.4 (a) Courbes déformation-contrainte réelle à la compression, (b) limites d'élasticité moyennes des alliages T7 à température ambiante.

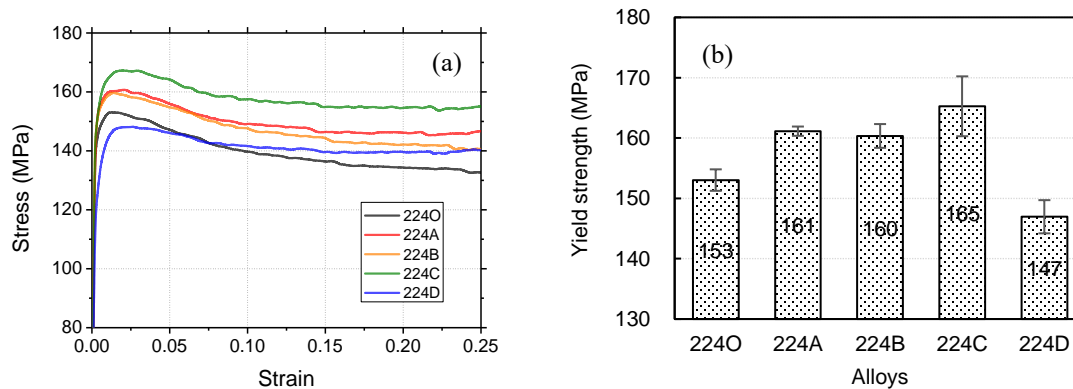


Figure 5.5 (a) Courbes déformation-contrainte réelle en compression, (b) limites d'élasticité moyennes des alliages T7 à 300°C.

5.2.2 Compression tests in T7A state

Après stabilisation des alliages T7 à 300°C pendant 100 heures, les précipités sont considérés comme suffisamment grossiers et plus stables thermiquement. Les courbes de compression des alliages T7A à température ambiante ont toujours une tendance à l'augmentation monotone comme le montre la Figure 5.6 (a). Cependant, les courbes de test des alliages T7A à 300 °C montrent moins de tendance à la descente après la résistance à la compression atteinte à la déformation entre 2,5%~5,0%, et un stade proche du plateau

apparaît dans les alliages O, B et D comme le montre la Figure 5.7 (a), indiquant que les microstructures dans les états T7A sont relativement stables à 300°C. De plus, la disparité des limites d'élasticité après stabilisation entre les différents alliages est plus nette. Les alliages O et B possèdent la limite d'élasticité la plus faible et la deuxième plus faible dans cette condition, tandis que l'alliage D a une limite d'élasticité légèrement inférieure à celle de l'alliage A, et l'alliage C a la résistance la plus élevée aux températures ambiantes et élevées, comme décrit dans la Figure 5.6(b) et Figure 5.7(b).

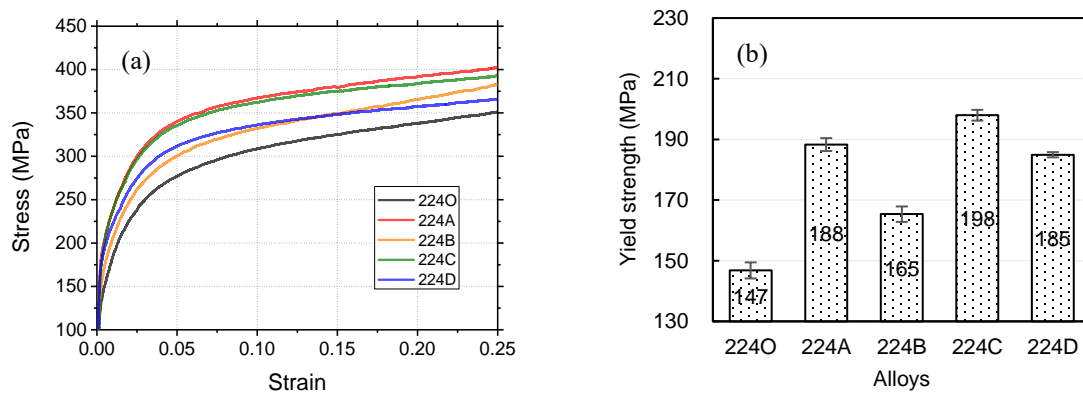


Figure 5.6 (a) Courbes de compression vraie déformation-contrainte, (b) limites d'élasticité moyennes des alliages T7A à température ambiante.

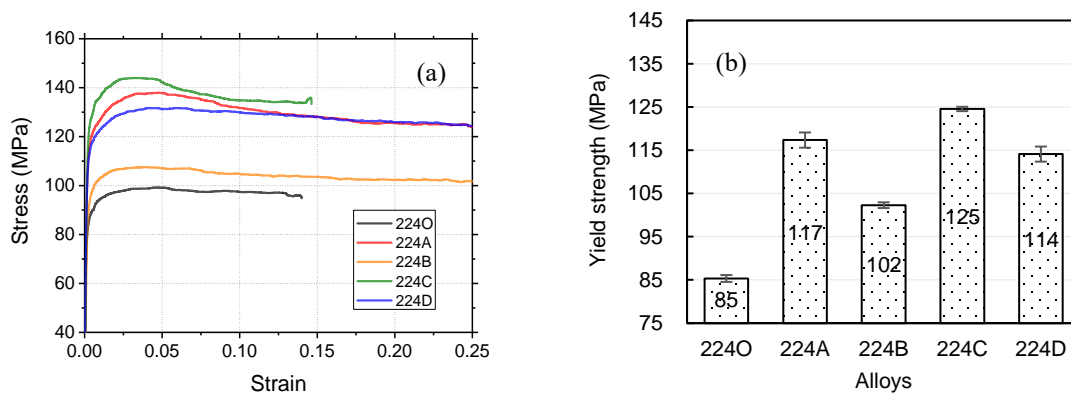


Figure 5.7 (a) Courbes de compression vraie déformation-contrainte, (b) limites d'élasticité moyennes des alliages T7A à 300 °C.

5.2.3 Essais de fluage à l'état T7A

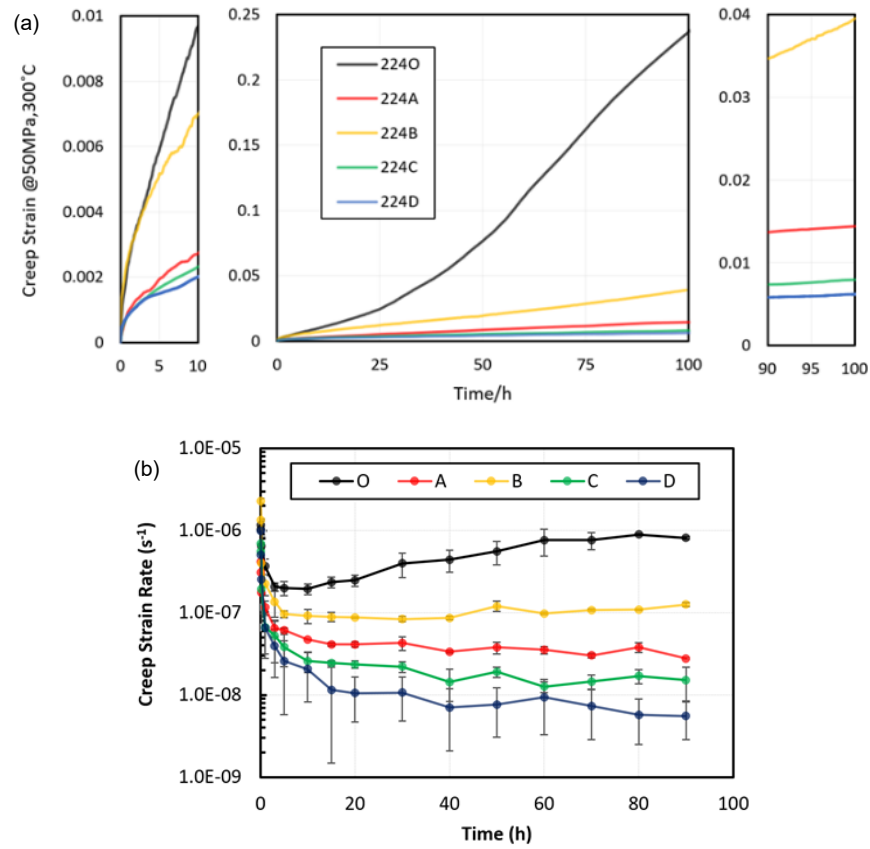


Figure 5.8 (a) Courbes de fluage en compression à 50MPa/300°C, (b) mesure la vitesse de déformation en fluage.

Les tests de fluage ont été réalisés pour chaque alliage à 300°C avec une charge de 50 MPa pendant 100 heures. Les performances globales de résistance au fluage des alliages O, A, B et C coïncident bien avec leur propriété de limite d'élasticité relative, c'est-à-dire alliage C > alliage A > alliage B > alliage O. Cependant, l'alliage D surpasse l'alliage C avec le taux de déformation de fluage global le plus bas à un ordre de grandeur d'environ 10^{-9} s^{-1} , bien qu'il ait un taux de déformation de fluage relativement élevé au stade initial du fluage. On pense que la structure dispersoïde plus grossière de l'alliage D, qui augmente l'inadéquation du réseau entre le dispersoïde et la matrice, augmente l'interaction élastique répulsive avec les dislocations, conduisant à de meilleures performances de résistance au fluage [10]. D'autre part, les granulométries relativement grandes des alliages B, C et D comme indiqué

dans le Tableau. 5.1, sont supposés avoir une contribution positive sur leurs résistances au fluage, en particulier pour le fluage Coble (frontière de grain) contrôlé par diffusion [11].

5.3 Observation TEM des évolutions des précipitations dans divers alliages

L'examen de la microstructure des précipités et des dispersoïdes est réalisé avec un TEM conventionnel pour chaque alliage. Les identifications de phase sont effectuées sur la base de la détection TEM-EDS, du motif de diffraction de zone de sélection (SADP) le $[001]_{Al}$ et de l'image de champ noir. Généralement, la caractéristique des précipités cohérents θ' - Al_2Cu est les stries discontinues avec des maxima d'intensité à $1/4$, $1/2$ et $4/3$ de la position réciproque du réseau des réflexions $\{200\}_{Al}$ dans SADP. Les trois variantes θ' - Al_2Cu présentent des réflexions ponctuelles telles que décrites schématiquement dans la littérature [12], qui comprennent également 2 spots de réflexion mineurs à proximité de $\{001\}_{Al}$. La structure ordonnée $L1_2$ a des réflexions aux positions $\{001\}_{Al}$ et $\{001\}_{Al}$. En conséquence, l'image de fond noir centrée prise avec un (001) super-réseau Al près de l'axe de la zone Al est capable de révéler la microstructure de θ'' et θ' précipite le long de la direction $\langle 001 \rangle_{Al}$ ainsi que $L1_2$ ordonné des dispersoïdes simultanément.

5.3.1 État T7

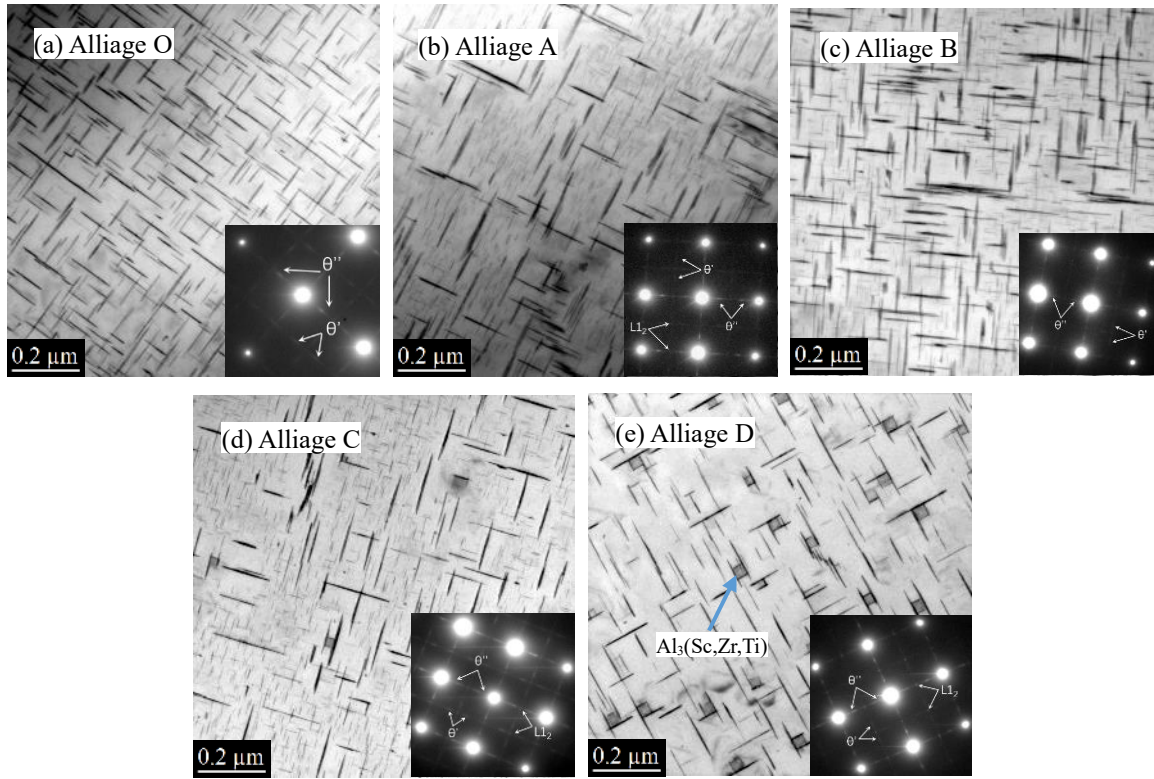


Figure 5.9 (a~e) Images TEM en champ clair de l'alliage T7 O, A, B, C et D, avec les SADP respectifs.

Le SADP de l'alliage O à l'état T7 montre un motif de chevauchement typique de précipités θ' et θ'' , comme le montre la Figure 5.9 (a) [12]. Selon l'image en champ clair, la plupart des précipités doivent être considérés comme θ' accompagnés d'une petite quantité de θ'' .

Dans l'alliage A, les précipités ordonnés θ' , θ'' et L_{12} sont identifiés dans le SADP, et l'image en champ clair indique une grande fraction de θ'' et révèle une microstructure unique, c'est-à-dire les zones de précipitation θ'' entourées de plusieurs un grand θ' précipite comme le montre la Figure 5.9 (b). Les dispersoïdes préexistants ont souvent des précipités θ' nucléés sur eux, comme le montre l'image en fond noir Figure 5.10 (a). La composition des dispersoïdes ordonnés L_{12} est déterminée comme étant $Al_3(Zr,Ti)$ par EDS, avec des tailles relativement petites et une densité numérique élevée se répartissant dans leur zone de précipitation.

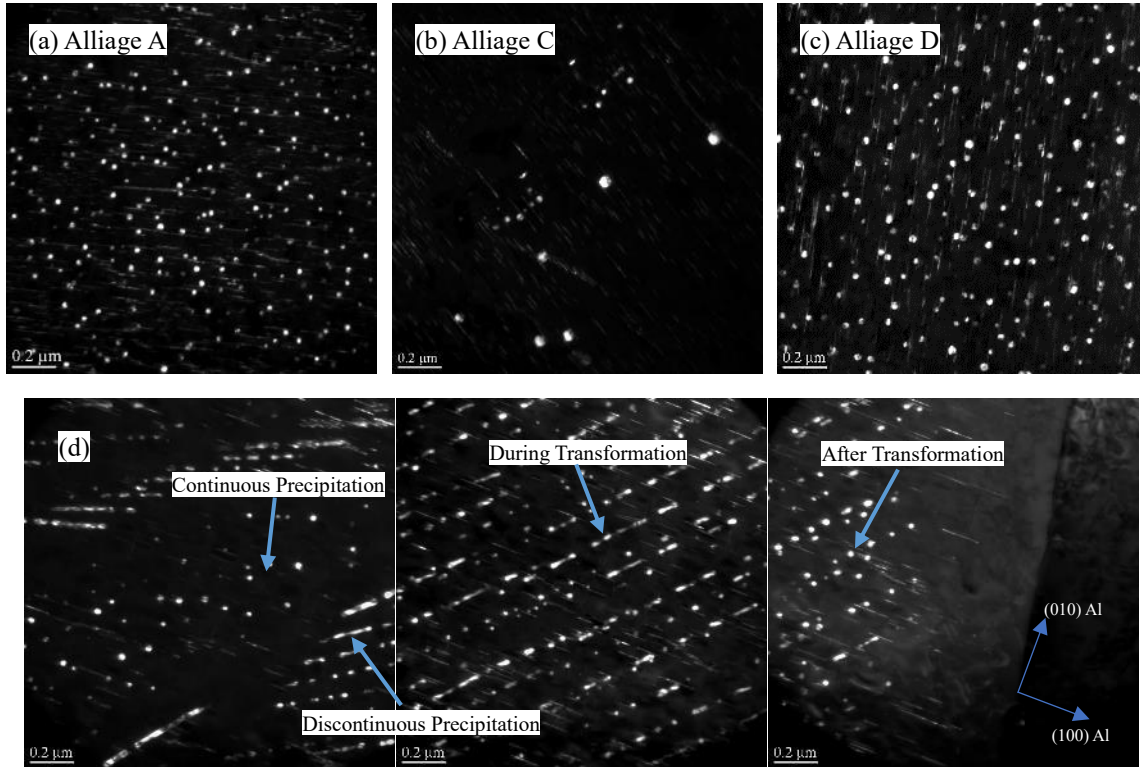


Figure 5.10 (a~c) Image TEM en champ noir du super-réseau $\{001\}_{Al}$ de l'alliage C et D. (d) Comportements de précipitation continue et discontinue des dispersoïdes ordonnés $L1_2$ dans l'alliage D.

L'alliage B-T7 a un SADP similaire avec l'alliage O, mais l'image en fond clair (Figure 5.9 (c)) montre des précipités θ'' plus nombreux et plus fins que l'alliage O, mais aucun dispersoïde contenant du V n'est observé dans cet alliage. Les précipités θ' et θ'' dans l'alliage B forment également un mélange relativement uniforme par rapport à l'alliage A.

L'alliage C-T7 possède un SADP similaire à l'alliage A, mais a encore plus de précipités θ'' en champ clair (Figure 5.9 (d)). Bien que les alliages C contiennent une teneur en Zr similaire à celle de l'alliage A, la nucléation homogène des dispersoïdes $L1_2$ semble être inhibée par rapport à l'alliage A en raison de la teneur en V, et ils ne peuvent être trouvés qu'occasionnellement, en particulier près de certaines dislocations qui peuvent abaisser la barrière énergétique pour leur nucléation, comme indiqué en Figure 5.10 (b). Un phénomène similaire de précipités d' $Al_3(Zr,Ti,V)$ a été rapporté, tandis que le microalliage

de V dans Al_3Zr est également suspecté de changer leurs structures L_{12} en structures D_{022} avec perte d'effets de renforcement [13].

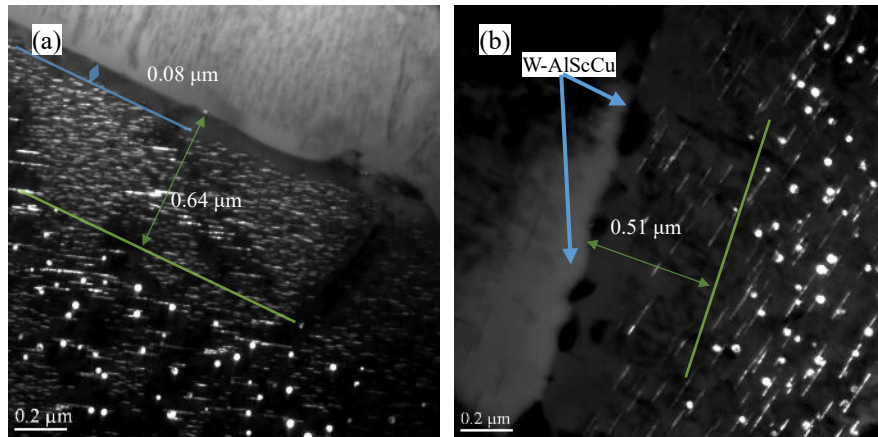


Figure 5.11 Images TEM en champ noir provenant d'alliages T7 montrant des dispersoïdes L_{12} avec des espaces PFZ plus grands que θ''/θ' dans (a) Alliage A et (b) Alliage D.

L'alliage D-T7 contient la plus faible quantité globale de précipités θ' et θ'' en raison de la perte de teneur en Cu en solution solide liée à la formation de phases intermétalliques W-AlScCu pendant la solidification et le traitement en solution, comme le montre la Figure 5.9 (e). Les dispersoïdes $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr}, \text{Ti})$ ordonnés L_{12} sont évidents dans la microstructure et forment toujours les morphologies compactes uniques de type «sandwich» avec des précipités θ'/θ'' qui se nucléent de manière hétérogène sur les dispersoïdes sphériques préexistants [14]. Les dispersoïdes dans l'alliage D-T7 qui sont produits pendant le traitement traditionnel en solution solide possèdent un diamètre moyen plus grand et une densité numérique inférieure par rapport aux dispersoïdes de l'alliage A, comme le montre l'image en fond noir Figure 5.10 (c). Alors que des précipités discontinus en forme de tige / en éventail L_{12} ordonnés $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr}, \text{Ti})$ ont également été observés dans l'alliage D, qui ont été signalés comme étant progressivement fragmentés et sphéroïdisés et finalement transformés en dispersoïdes sphériques avec un vieillissement prolongé / temps de solution [15]. Il semble que la transformation des précipités ait la priorité près des joints de grains par rapport aux noyaux de grains, mais toujours avec la directivité précédente comme le montre la Figure 5.10 (d). De plus, l'alliage D avec addition combinée de soluté de

formation eutectique Sc ($k_0 = 0,9$) et de soluté de formation péritectique Zr ($k_0 = 1,4$) présente un avantage essentiel pour éliminer les zones interdendritiques sans dispersoïde L_{12} et avoir un dispersoïde plus uniforme. Distribution par rapport à l'alliage A [16]. Cependant, l'espacement DFZ dans l'alliage D ($0,51 \mu\text{m}$) n'a généralement qu'une petite supériorité par rapport à l'alliage A ($0,64 \mu\text{m}$), bien qu'ils soient généralement beaucoup plus larges que l'espacement PFZ des phases θ'' et θ' ($\sim 0,1 \mu\text{m}$), comme le montre la Figure 5.11. Bien que, la raison de ce résultat pourrait être que la formation de phases W le long des limites des dendrites a consommé des éléments Sc qui auraient pu contribuer à la formation des dispersoïdes à proximité des limites des dendrites pendant le traitement en solution.

5.3.2 État T7A

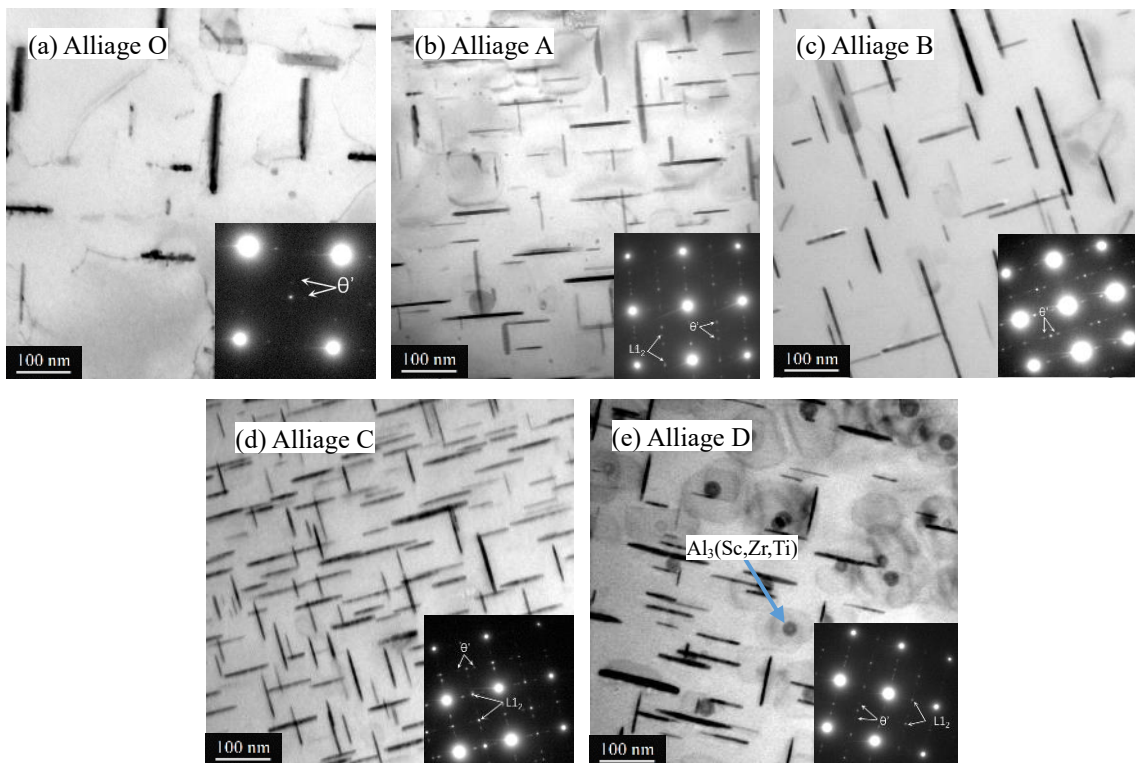


Figure 5.12 (a~e) Images TEM en champ clair de l'alliage T7A O, A, B, C et D, avec les SADP respectifs.

L'alliage O de l'état T7A qui s'est stabilisé à 300 °C pendant 100 heures à partir de l'état T7 montre une grande différence sur la microstructure de précipitation. Le SADP et l'image en champ clair indiquent que tous les précipités θ "cohérents sont transformés en précipités θ 'semi-cohérents et les précipités θ ' sont extrêmement grossiers après stabilisation. L'alliage A présente une bien meilleure résistance au grossissement que l'alliage O à l'état T7A, et les tailles des dispersoïdes $L1_2$ ne présentent pas de changement notable par rapport à l'état T7 comme le montre la Figure 5.12 (a), indiquant que le grossissement des dispersoïdes $L1_2$ est très limité pendant la stabilisation. La longueur moyenne des précipités grossiers dans l'alliage B à l'état T7A est intermédiaire entre l'alliage O et l'alliage A, comme le montre la Figure 5.11 (c). Les microstructures de précipitation fines et denses dans l'alliage C-T7A indiquent les meilleures performances en termes de résistance au grossissement parmi tous les alliages (Figure 5.11 (d)). En outre, la distribution des dispersoïdes $L1_2$ - $Al_3(Zr,Ti)$ est encore hétérogène sans changement évident pendant la stabilisation, comme le montre la Figure 5.12 (b). Après la stabilisation, l'alliage D conserve des microstructures θ 'plus fines par rapport à l'alliage B, en outre, des dispersoïdes $Al_3(Sc,Zr,Ti)$ plus nombreux et plus fins également produits à partir de la matrice, ce qui implique que le Zr et le Sc sont toujours sursaturés pendant la stabilisation. L'amélioration de la stabilité thermique de l'alliage D est attribuée à sa faible vitesse de grossissement θ 'et à plus de nucléation des dispersoïdes $L1_2$ $Al_3(Sc,Zr,Ti)$ lors de la stabilisation.

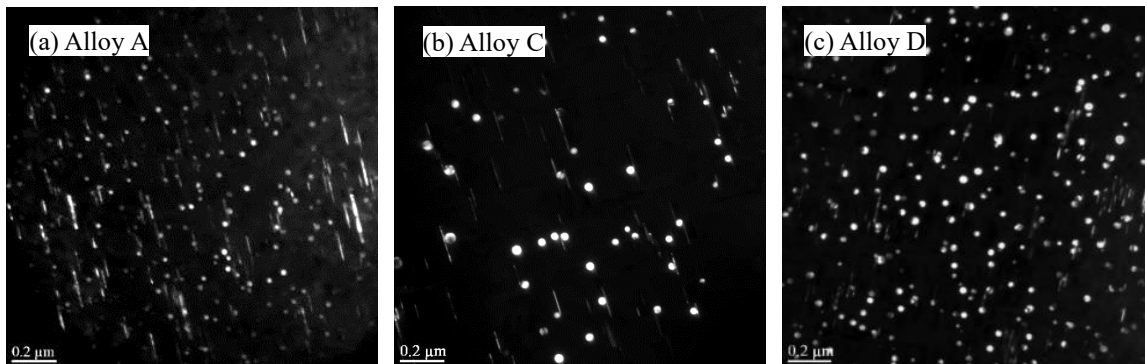
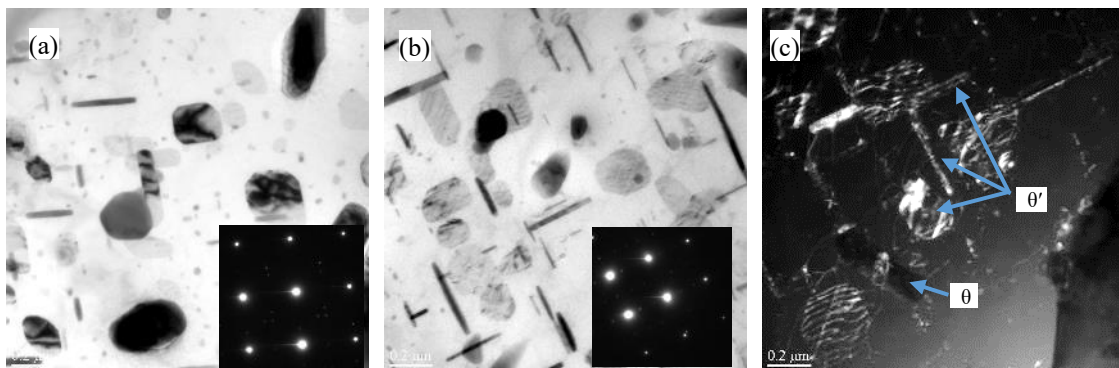


Figure 5.13 (a~c) Image TEM en champ noir à partir de $\{001\}_{Al}$ réflexions de l'alliage T7A C et D.

5.3.3 Après le test de fluage

Certaines microstructures typiques des alliages coulés ont été étudiées par TEM, comme le montre la Figure 5.14. On observe que les dispersoïdes et les précipités θ' ont de fortes interactions avec les dislocations à travers le mécanisme de boucle d'Orowan avec des boucles de dislocation évidentes entourées d'alliages fléchis, comme le montrent les images de champ sombre à faible faisceau de la Figure 5.14 (c). Les phases d'équilibre θ ont une interaction limitée avec la dislocation, ce qui signifie qu'elles ont une faible contribution à la résistance au fluage. L'alliage de fluage O présente principalement un équilibre θ dans la microstructure, qui coïncide avec sa plus faible résistance au fluage. L'alliage B contient plus de θ' après fluage, reflétant l'effet de V sur la stabilisation accrue des précipités θ' . L'alliage de fluage A contient une densité numérique élevée de dispersoïdes $L1_2 \text{ Al}_3(\text{Zr,Ti})$, qui sont un peu plus grossiers qu'avant le fluage. Bien qu'il y ait toujours des précipités θ' qui collent sur les dispersoïdes $\text{Al}_3(\text{Zr,Ti})$, et ils ont montré des microstructures très fines et compactes après fluage. Notant que les orientations des précipités θ' pourraient être déviées de celles d'origine en raison du chargement de fluage, ce qui peut augmenter la déformation locale du réseau.



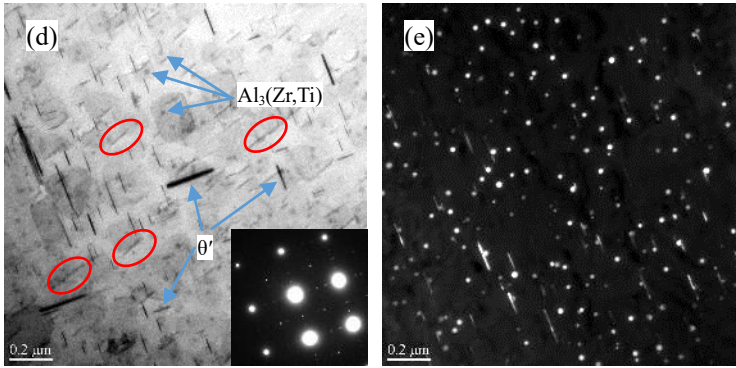


Figure 5.14 (a) Image TEM en champ clair de l'alliage O après fluage. (b) Image TEM en champ clair de l'alliage B après fluage. (c) Image en champ sombre à faisceau faible ($g / 3g$) montrant des dislocations dans l'alliage B. (d) Image en champ clair de l'alliage A après fluage. (d) Image de fond noir centré de l'alliage A montrant les structures ordonnées $L1_2$.

Certaines microstructures typiques des alliages coulés ont été étudiées par TEM, comme le montre la Figure 5.14. On observe que les dispersoïdes et les précipités θ' ont de fortes interactions avec les dislocations par le biais du mécanisme de boucle d'Orowan avec des boucles de dislocation évidentes entourées d'alliages fléchis, comme le montrent les images de champ sombre à faible faisceau de la Figure 5.14 (c). Les phases d'équilibre θ ont une interaction limitée avec la dislocation, ce qui signifie qu'elles ont une faible contribution à la résistance au fluage. L'alliage de fluage O présente principalement un équilibre θ dans la microstructure, qui coïncide avec sa plus faible résistance au fluage. L'alliage B contient plus de θ' après fluage, reflétant l'effet de V sur la stabilisation accrue des précipités θ' . L'alliage de fluage A contient une densité numérique élevée de dispersoïdes $L1_2 Al_3(Zr,Ti)$, qui sont un peu plus grossiers qu'avant le fluage. Alors qu'il y a toujours des précipités θ' qui collent sur les dispersoïdes $Al_3(Zr,Ti)$, et ils ont montré des microstructures très fines et compactes après fluage. Il convient également de noter que les orientations des précipités θ' pourraient être déviées des directions originales $\langle 001 \rangle_{Al}$. Les interactions internes telles que la compression et les tensions des grains voisins polycristallins pendant le chargement de fluage pourraient être la cause des distorsions, ce qui peut augmenter la déformation locale du réseau, mais également augmenter le décalage et l'énergie interfaciale entre les faces de la carte des précipités θ' et de la matrice Al. Par conséquent, ces précipités θ' avec

des orientations déformées peuvent avoir une stabilité thermique inférieure et sont soupçonnés d'avoir une vitesse de grossissement et une transformation d'équilibre plus rapides.

5.3.4 Quantification des précipités dans divers alliages et conditions

Puisque la troncature des précipités θ'' et θ' en forme de plaque se produit toujours au niveau des surfaces de la feuille, une modification doit être apportée pour obtenir le diamètre réel. La forme parfaite du disque dans l'espace 3D est supposée pour θ'' ou θ' pour simplifier, avec l'épaisseur de la feuille, t et le diamètre moyen du précipité, $d_{\theta'/\theta''}$ est lié à la longueur moyenne mesurée du précipité $l_{\theta'/\theta''}$ par la relation [17]:

$$d_{\theta'/\theta''} = \left(\frac{t + \frac{\pi}{4} d_{\theta'/\theta''}}{t + d_{\theta'/\theta''}} \right) l_{\theta'/\theta''} \quad (5.1)$$

qui peut être résolu selon [18]:

$$d_{\theta'/\theta''} = \frac{2(l_{\theta'/\theta''} - t) + 2\sqrt{(l_{\theta'/\theta''} - t)^2 + \pi l_{\theta'/\theta''} t}}{\pi} \quad (5.2)$$

Le nombre total de précipités θ'' ou θ' N_T peut être calculé sur la base du nombre mesuré de précipités le long des 2 directions explicites (001)_{Al} N_m , en utilisant l'équation [19]

$$N_T = N_m \left(1 + \frac{t + d_{\theta'/\theta''}}{2\sqrt{A_s}} \right) \quad (5.3)$$

où, A_s est la zone sélectionnée des images TEM.

La densité volumétrique des précipités ou dispersoïdes dans la matrice N_v est obtenue comme [20]

$$N_v = \frac{N_T}{A_s(t+d)} \quad (5.4)$$

où, d peut être le diamètre moyen des précipités, $d_{\theta'/\theta''}$ ou le diamètre moyen du dispersoïde, d_{L1_2} .

Et la fraction volumique du précipité f de θ'' ou θ' est estimée comme suit:

$$f(\theta'/\theta'') = \frac{N_v \pi (d_{\theta'/\theta''})^2 t_{\theta'/\theta''}}{4} \quad (5.5)$$

la fraction volumique du dispersoïde ordonné $L1_2$ est estimée comme suit:

$$f(L1_2) = \frac{N_v \pi d_{L1_2}^2}{6} \quad (5.6)$$

Les résultats de quantification de différents alliages aux états T7 et T7A sont présentés respectivement dans les Tableaux 5.2 et 5.3.

Tableau 5.2 Quantification des θ'' , θ' et dispersoïdes $L1_2$ dans les alliages à l'état T7

Alliage	Précipités quantifiés	$l_{\theta'/\theta''}$ (nm)	$d_{\theta'/\theta''}$ (nm)	$t_{\theta'/\theta''}$ (nm)	d_{L1_2} (nm)	N_v (μm^{-3})	f (%)	Incrément CRSS (MPa)	Incrément CRSS global (MPa)	Augmentation de la limite d'élasticité (MPa)
O	θ''	33.1±11.0	34.3	2.9±0.4		509	0.13	14.7	88.4	270.5
	θ'	93.5±31.7	101.6	6.6±1.2		930	4.2	83.2		
A	θ''	27.9±9.1	28.6	2.9±0.4		8198	1.45	45.6	92.1	281.8
	θ'	98.2±33.6	105.2	6.5±1.6		674	3.34	62.8		
	$L1_2 - \text{Al}_3(\text{Zr,Ti})$				20.9±4.9	510	0.24	20.1		
B	θ''	29.0±7.6	29.6	3.0±0.4		3663	0.74	33.0	92.8	278.8
	θ'	103.3±29.4	109.9	6.3±1.0		795	4.17	74.8		
C	θ''	27.4±6.8	28.3	2.9±0.2		12373	2.15	55.2	91.8	281.0
	θ'	92.2±27.6	97.8	6.2±1.3		655	2.70	56.8		
D	θ''	34.6±8.2	35.6	4.2±0.4		1300	0.54	31	75.5	230.9
	θ'	112.9±43.5	121.9	6.8±1.1		409	2.79	57.2		
	$L1_2 - \text{Al}_3(\text{Sc,Zr,Ti})$				32.5±9.5	149	0.27	15.1		

Tableau 5.3 Quantification des θ' et dispersoïdes $L1_2$ dans les alliages à l'état T7A

Alliage	Précipités quantifiés	$l_{\theta'/\theta''}$ (nm)	$d_{\theta'/\theta''}$ (nm)	$t_{\theta'/\theta''}$ (nm)	d_{L1_2} (nm)	N_v (μm^{-3})	f (%)	Incrément CRSS (MPa)	Incrément CRSS global (MPa)	Augmentation de la limite d'élasticité (MPa)
---------	--------------------------	--------------------------------	--------------------------------	--------------------------------	--------------------	---------------------------------	------------	----------------------------	--------------------------------------	---

O	θ'	126.4±87.8	140.6	13.0±5.9	147	2.65	36.8	36.8	112.6
A	θ'	82.1±41.7	86.9	8.1±2.3	527	2.25	45.8	50.5	154.6
	L1 ₂ -Al ₃ (Zr,Ti)			20.1±5.8	604	0.26	21.3		
B	θ'	112.6±54.8	122.4	9.3±2.4	283	2.63	42.9	42.9	131.3
C	θ'	76.4±29.2	81.6	6.8±1.0	781	2.44	53.3	54.4	166.5
	L1 ₂ -Al ₃ (Zr,Ti)			31.7±7.9	83	0.14	10.9		
D	θ'	77.3±31.6	82.6	8.9±1.6	475	2.26	43.7	50.1	153.3
	L1 ₂ -Al ₃ (Sc,Zr,Ti)			29.6±8.0	426	0.58	24.5		

5.4 Discussion

5.4.1 Renforcement dans les états T7 / T7A et stabilité thermique

La famille Al-Cu est bien connue sous le nom de système d'alliage à durcissement par vieillissement. Il est communément admis que la séquence complète de décomposition des précipités dans ce système est: Solution solide sursaturée (SSSS) → Zones Guinier-Preston (zones GP) → θ'' (zones GP II) → θ' → θ [21, 22]. En raison de la différence dans les caractéristiques de taille et de déformation des phases précipitées dans la matrice, il existe généralement deux types de mécanismes de renforcement des précipitations à température ambiante, à savoir le mécanisme de cisaillement et le mécanisme de boucle d'Orowan [23].

Les précipités shearable peuvent empêcher le mouvement des dislocations glissantes par diverses interactions dislocation-particule. Ces mécanismes comprennent le renforcement interfacial (chimique), le renforcement de la cohérence, le renforcement du module, le renforcement de l'ordre et le renforcement des défauts d'empilement [24]. Les phases θ'' cohérentes sont considérées comme des précipités de shearable qui renforcent principalement les alliages par des mécanismes de renforcement de cohérence et de renforcement interfacial avec une discordance de module et un renforcement d'ordre censément négligeables [25, 26].

La contribution au renforcement de la cohérence (mismatch) de θ'' peut être estimée comme [12, 25, 26]

$$\tau_{\theta''\text{LMS}} = 4.1 \cdot G \cdot |\varepsilon^{3/2}| \cdot \left[\frac{f d_{\theta''}}{2b} \right]^{1/2} \quad (5.7)$$

où G est le module de cisaillement de la matrice α -Al (28 GPa [27]), ϵ est la déformation du réseau (0.006 [27]), b est la grandeur du vecteur de Burgers pour l'aluminium (0.284 nm [28]).

L'augmentation du CRSS due au renforcement interfacial résulte de la formation de nouvelles interfaces lors de ses interactions avec les dislocations [27, 29]. Pour les précipités en forme de plaque comme θ'' qui se forment le long de $\{001\}_{Al}$, il peut être estimé à [24]

$$\Delta\tau_{\theta''IS} = \left(\frac{0.908d_{\theta''}}{t_{\theta''}^2} \right) \left(\frac{bf}{\Gamma_{\theta''}} \right)^{\frac{1}{2}} \gamma_i^{\frac{3}{2}} \quad (5.8)$$

Où, γ_i est l'énergie interfaciale (0.21 J/m² [30]), et Γ représente la tension de la ligne de dislocation, qui est exprimée par

$$\Gamma_{\theta''} = \frac{Gb^2}{2\pi} \ln \sqrt{\frac{d_{\theta''}^2}{2b^2f}} \quad (5.9)$$

Les incréments CRSS de cohérence et de renforcement interfacial par les précipités θ'' dans les alliages T7 sont calculés respectivement avec les résultats indiqués dans le Tableau 5.4. Les résultats indiquent que la contribution au renforcement interfacial des précipités θ'' dans les alliages T7 varie entre 1/7~1/3 de la valeur de leur contribution comme renforcement de cohérence en fonction de leurs morphologies dans différents alliages.

Tableau 5.4 Contribution calculée de la cohérence et du renforcement interfacial de θ'' dans les alliages T7

Alliage	$\Delta\tau_{\theta''LMS}/\text{MPa}$	$\Delta\tau_{\theta''IS}/\text{MPa}$
O	14.7	4.1
A	53.5	12.7
B	33.0	8.3
C	55.2	15.0
D	31.0	4.4

Par conséquent, la contribution au renforcement des précipités θ'' dans le présent travail est prise comme la valeur du renforcement de cohérence ($\Delta\tau_{\theta''} = \max\{(\Delta\tau_{\theta''OS}), (\Delta\tau_{\theta''IS}), (\Delta\tau_{\theta''MMS} + \Delta\tau_{\theta''LMS})\} = \Delta\tau_{\theta''LMS}$)

L'équation de base pour l'incrément de force via le mécanisme d'Orowan dans le cas d'un précipité θ' en forme de plaque se développant le long des directions $\{001\}_{Al}$ est donnée par ce qui suit [19]

$$\Delta\tau_{\theta'} = \frac{Gb}{2\pi\sqrt{1-\nu}} \left(\frac{1}{1.23 \frac{1.030}{\sqrt{N_\nu d_{\theta'}}} - \frac{\pi d_{\theta'}}{8} - 1.061 t_{\theta'}} \right) \ln \frac{0.981 \sqrt{d_{\theta'} t_{\theta'}}}{b} \quad (5.10)$$

En raison des diamètres moyens relativement importants des dispersoïdes ordonnés $L1_2$ dans les travaux actuels, le mécanisme de contournement d'Orowan est considéré. Pour les dispersoïdes sphériques $L1_2$, le CRSS pour Orowan contournant $\Delta\tau_{L1_2}$ est calculé à partir de l'équation suivante [31]

$$\Delta\tau_{L1_2} = \frac{Gb}{2\pi\sqrt{1-\nu}} \left(\frac{1}{\frac{1.075}{\sqrt{N_\nu d_{L1_2}}} - \frac{\pi d_{L1_2}}{4}} \right) \ln \frac{\pi d_{L1_2}}{4b} \quad (5.11)$$

L'incrément global CRSS dû à la structure entière du précipité dans l'état T7 de la présente étude est déterminé en utilisant la loi de superposition ad hoc suivante avec des exposants suggérés par [32]

$$\Delta\tau_{ppt,T7}^{1.4} = \Delta\tau_{\theta''}^{1.4} + [(\Delta\tau_{\theta'}^2 + \Delta\tau_{L1_2}^2)^{0.5}]^{1.4} \quad (5.12)$$

Puisque les précipités θ'' partageables n'existent pas dans la condition T7A, $\Delta\tau_{shear} = 0$, alors la contribution CRSS dans l'état T7A est calculée comme

$$\Delta\tau_{ppt,T7A} = (\Delta\tau_{\theta'}^2 + \Delta\tau_{L1_2}^2)^{0.5} \quad (5.13)$$

L'incrément de limite d'élasticité dû à la structure globale des précipités, $\Delta\sigma_{ppt}$, est obtenu comme [27]

$$\Delta\sigma_{ppt} = M \cdot \Delta\tau_{ppt} \quad (5.14)$$

où, $M (= 3,06)$ est le facteur de Taylor pour les alliages polycristallins fcc [19].

Les contributions calculées des précipitations et du renforcement des dispersoïdes sur la résistance à la température ambiante de divers alliages aux états T7 et T7A sont énumérées dans les 3 dernières colonnes du Tableau 5.2 et du Tableau 5.3. Il est à noter que l'alliage C ne présente pas un grand avantage par rapport à l'alliage O à l'état T7 même avec la densité en nombre extrêmement élevée de phases θ'' dans la microstructure, car l'effet de renforcement de θ'' dépend fortement de sa morphologie [26].

La propriété mécanique des alliages dans les applications à haute température dépend fortement de la stabilité thermique à long terme des structures de précipitation. Selon $\Delta\sigma_{ppt}$ calculé de chaque alliage aux états T7 et T7A, il est évident que les alliages O (58%) et B (53%) ont des sacrifices relativement élevés de renforcement par précipitation, alliage A (45%) et C (41%) possèdent une perte de renforcement intermédiaire, tandis que l'alliage D (34%) est le moins affecté par l'exposition thermique. Les calculs théoriques des contributions de résistance des microstructures sont en bon accord avec les mesures de la limite d'élasticité des Figures 5.5 et 5.7. Étant donné que les dispersoïdes de la présente étude contribuent à un renforcement beaucoup plus faible à température ambiante par rapport aux précipités θ' (voir les Tableaux 5.2 et 5.3), la contribution des précipités résistifs au grossissement modifiés par des éléments de transition est clairement démontrée à la fois du point de vue de la microstructure et des propriétés mécaniques.

5.4.2 Effets des éléments de transition sur les précipitations et les comportements grossiers

Selon les résultats de quantification basés sur les images TEM, l'addition combinée de V et Zr dans l'alliage 224 retarde effectivement le processus de précipitation de θ' avec la plus grande quantité de θ'' dans la matrice. L'addition individuelle de Zr a un effet de retard plus évident par rapport à V. La combinaison de Sc et de Zr a également produit une fraction légèrement plus élevée de phases θ'' bien que la teneur en Cu soit inférieure dans l'alliage D, ce qui peut accélérer la cinétique de précipitation, ce qui indique également son retard

potentiel de précipitation effet. Les éléments de transition modifient également la morphologie des précipités de plaque. Par exemple, le rapport hauteur / largeur moyen des précipités θ' est généralement plus grand avec une épaisseur réduite, mais la longueur des précipités θ'' diminue généralement avec une épaisseur maintenue presque inchangée à l'état T7. Alors que l'on pense que les précipités θ'' fins grossissent et se transforment en phases d'équilibre θ beaucoup plus rapidement que les θ' précipitent pendant une exposition de 300 °C, et que les éléments de transition ont considérablement augmenté la fraction de θ'' et ont inhibé la formation de θ' précipités [26]. Par conséquent, les traitements de vieillissement insuffisants pour les alliages ajoutés d'éléments de transition dans les travaux actuels sont en fait défavorables pour leur stabilité thermique. La longueur et l'épaisseur moyennes les plus importantes des phases θ' dans l'alliage T7A O suggèrent que les précipités sont au stade tardif de grossissement avant la transformation d'équilibre [33]. En revanche, les éléments de transition en alliages modifiés, en particulier les alliages A, C et D, conservent des microstructures relativement fines aux états T7A, ce qui indique le rendement élevé sur la résistance au grossissement θ' des éléments de transition.

Il a été rapporté que l'ajout d'éléments de transition comme Sc et Zr dans les alliages Al-Cu favorise les précipités θ' / θ'' en offrant des sites de nucléation extra hétérogènes sur des dispersoïdes ordonnés L12 de taille nanométrique [12, 31, 34]. Bien que la nucléation de θ' sur les dispersoïdes soit universellement observée, cependant, le grand nombre de précipités θ'' dans les alliages riches en dispersoïdes sont en processus de transformation en θ' à l'état T7 et la nucléation des précipités θ' pourrait ne pas être considérablement améliorée en raison aux tailles de dispersoïdes relativement grandes. Selon les résultats du calcul de renforcement des Tableaux 5.2 et 5.3, les dispersoïdes ont généralement une contribution limitée par rapport aux précipités θ' résistants au grossissement. Sans aucun doute, les dispersoïdes dans les alliages A et D ne sont pas produits dans leurs conditions optimales dans les travaux actuels, et une efficacité plus élevée pourrait être obtenue grâce

aux procédures de traitement thermique spécialement modifiées [31, 35]. Par conséquent, les propriétés à haute température de 224 alliages peuvent encore être améliorées.

Tableau 5.5 Informations relatives à la diffusion et à la ségrégation des éléments de transition en Al

Solutés dans α -Al	V	Zr	Sc	Cu
Diffusivité, D à 200°C / $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$	5.52×10^{-34}	1.37×10^{-28}	4.16×10^{-23}	6.25×10^{-20}
Diffusivité, D à 300°C / $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$	3.82×10^{-28}	6.32×10^{-24}	9.00×10^{-20}	2.61×10^{-17}
Énergies de liaison soluté – vacance du voisin le plus proche ΔE_b / eV [36]	-0.33	-0.28	-0.17	0.02
Énergie de ségrégation à la plaquette (Al_i) de l'interface semi-cohérente $\theta' \Delta E_{\text{seg}}$ / eV atome $^{-1}$ [37]	0.04	-0.24	-0.49	
Énergie de ségrégation vers la plaquette suivante (Al_{i-1}) de l'interface cohérente $\theta' \Delta E_{\text{seg}}$ / eV atome $^{-1}$ [37]	-0.20	-0.46	-0.42	

Tableau 5.6 Discordances treillis de différentes interfaces dans les alliages Al-Cu (-Tm)

Interface	$\text{Al}_3\text{Zr-Al}$	$\text{Al}_3\text{Sc-Al}$	Visage large de θ'/θ'' -Al	Bord de θ'' -Al	Deux larges faces θ'/θ'' enfermées $\text{Al}_3\text{Zr-Al}$
Discordance treillis (%)	+0.75 [38]	+1.32 [38]	+0.2 [14]	-5 [14]	+0.3 [14]

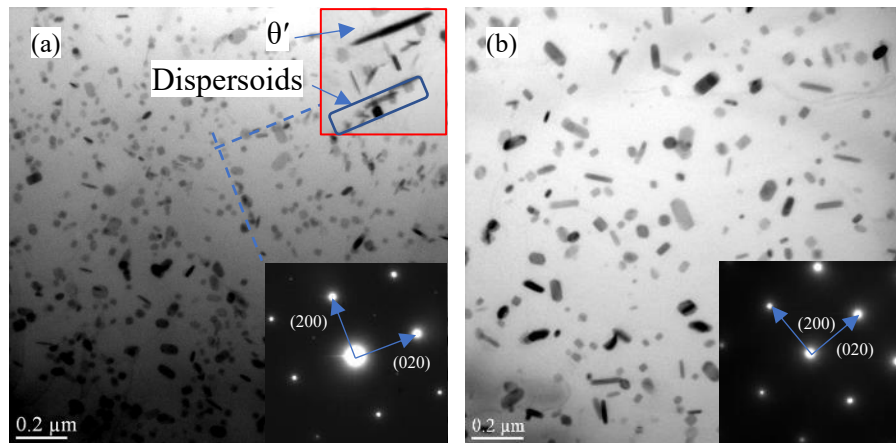


Figure 5.15 Images TEM montrant des dispersoïdes dans l'alliage A après recuit à (a) 400 °C pendant 16 heures et (b) 450 °C pendant 16 heures.

Il existe généralement des compromis entre les distributions des atomes de soluté, qui peuvent influencer le processus de précipitation et de grossissement des alliages à travers différents mécanismes dans la présente étude. Par exemple, l'individu ajouté Zr dans l'alliage A ainsi que Sc et Zr combinés dans l'alliage D d'une part pourrait induire la formation de dispersoïdes qui offrent généralement des sites de nucléation hétérogènes pour θ' en raison de la réduction de l'inadéquation du réseau ainsi que l'interface interfaciale énergie [14, 39], tandis que, d'autre part, les solutés restés en solution solide pourraient contribuer à réduire le taux de grossissement de θ' par liaison de soluté [36] et la ségrégation à des interfaces matricielles cohérentes et semi-cohérentes θ'/α [37, 40], comme certaines données présentées dans les Tableaux 5.5 et 5.6. La formation de dispersoïdes dans l'alliage A à 400 °C a montré une forte directionnalité le long des directions $[001]_{Al}$, partageant la même orientation avec les plaques θ' , ce qui est une conséquence de la ségrégation des éléments de transition vers la matrice θ'/α interfaces, comme illustré à la Figure 5.15. L'individu V dans l'alliage B a un potentiel de ségrégation à l'interface de matrice cohérente θ'/α et a un effet de liaison de soluté-vide élevé. Le V et le Zr combinés pourraient inhiber l'effet des dispersoïdes mais améliorer la liaison soluté-vide et la ségrégation du soluté à l'interface précipité / matrice conduisant à la résistance à haute température la plus élevée parmi les 5 alliages.

5.5 Sommaire

Les microstructures de précipitation et les propriétés mécaniques à température ambiante/à haute température ainsi que la résistance au fluage des alliages de type 224 avec addition de Zr, V, Zr + V, Sc + Zr dans des conditions T7 et T7A ont été étudiées dans le présent travail. Certaines conclusions principales peuvent être tirées de cette section:

1. Zr et V peuvent retarder la cinétique de transformation de θ'' à θ' dans 224 alliages Al-Cu dans le processus de vieillissement et peuvent également améliorer la

- résistance au grossissement de θ' . L'ajout de Zr est plus efficace que l'ajout de V. La combinaison Zr + V est la meilleure.
2. Pour la limite d'élasticité à haute température, l'alliage avec addition combinée Zr + V a les meilleures performances. L'effet de renforcement est de l'ordre de: Zr + V > Zr > Sc + Zr > V > Base.
 3. En termes de propriété de fluage, l'alliage avec addition combinée Sc + Zr a les meilleures performances. La résistance au fluage est la suivante: Sc + Zr > Zr + V > Zr > V > Base.
 4. L'ajout de Sc conduit à la formation d'intermétalliques W-AlScCu pendant la solidification et le traitement en solution, qui consomment des solutés de Cu et de Sc, ce qui entraîne une détérioration de la résistance, en particulier à température ambiante.
 5. L'ajout de Sc conduit à la formation d'un grand nombre d' $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$. La présence de deux populations de précipités θ' et $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ ainsi que les grosses granulométries ont donné la meilleure résistance au fluage à haute température.

Références

1. G. P. Jones, J. Pearson. Metall. Trans. B. **7**, 223-234 (1976).
2. A. M. Bunn, P. Schumacher, M. A. Kearns, C. B. Boothroyd, A. L. Greer. Mater. Sci. Technol. **15**, 1115-1123 (2013).
3. A. A. Abdel-Hamid, A. I. O. Zaid. Poisoning of grain refinement of some aluminium alloys. In: *Current Advances in Mechanical Design and Production VII*. Elsevier, 2000, pp 331-338
4. Grain refinement of light alloys. ; 2008
5. J. Huang, L. Feng, C. Li, C. Huang, J. Li, B. Friedrich. Scripta Materialia. **180**, 88-92 (2020).
6. X. Liu, Z. Guo, J. Xue, C. Zhu. Materials Science and Engineering: A. **771** (2020).
7. V. Raghavan. Journal of Phase Equilibria and Diffusion. **31**, 554-555 (2010).
8. H. Bo, L. B. Liu, Z. P. Jin. Journal of Alloys and Compounds. **490**, 318-325 (2010).
9. Y. H. Gao, J. Kuang, G. Liu, J. Sun. Materials Science and Engineering: A. **746**, 11-26 (2019).
10. N. Q. Vo, D. N. Seidman, D. C. Dunand. Materials Science and Engineering: A. **734**, 27-33 (2018).
11. R. L. Coble. Journal of applied physics. **34**, 1679-1682 (1963).
12. S. Mondol, S. Kashyap, S. Kumar, K. Chattopadhyay. Materials Science and Engineering: A. **732**, 157-166 (2018).
13. Z.-h. Jia, J.-P. CouziniÉ, N. Cherdoudi, I. Guillot, L. Arnberg, P. ÅSholt *et al.* Transactions of Nonferrous Metals Society of China. **22**, 1860-1865 (2012).
14. S. Kumar Makineni, S. Sugathan, S. Meher, R. Banerjee, S. Bhattacharya, S. Kumar *et al.* Sci Rep. **7**, 11154 (2017)e-pub ahead of print 2017/09/13.

15. A. V. Mikhaylovskaya, A. G. Mochugovskiy, V. S. Levchenko, N. Y. Tabachkova, W. Mufalo, V. K. Portnoy. *Materials Characterization*. **139**, 30-37 (2018).
16. J. D. Robson. *Acta Materialia*. **52**, 1409-1421 (2004).
17. P. M. Kelly, K. Pm. (1982).
18. S. Roy, L. F. Allard, A. Rodriguez, W. D. Porter, A. Shyam. *Metallurgical and Materials Transactions A*. **48**, 2543-2562 (2017).
19. J. F. Nie, B. C. Muddle. *Acta Materialia*. **56**, 3490-3501 (2008).
20. J. W. Cahn, J. NuttIng. *TRANSACTIONS OF THE AMERICAN INSTITUTE OF MINING AND METALLURGICAL ENGINEERS*. **215**, 526-528 (1959).
21. J. G. Kaufman. *Introduction to aluminum alloys and tempers*, ASM international, 2000
22. Z. Shen, Q. Ding, C. Liu, J. Wang, H. Tian, J. Li *et al.* *Journal of Materials Science & Technology*. **33**, 1159-1164 (2017).
23. T. Gladman. *Mater. Sci. Technol.* **15**, 30-36 (2013).
24. J. F. Nie, B. C. Muddle. *Journal of phase equilibria*. **19**, 543 (1998).
25. L. M. Brown, R. K. Ham. *Applied Science, London*. **9** (1971).
26. J. Rakhmonov, K. Liu, L. Pan, F. Breton, X. G. Chen. *Journal of Alloys and Compounds*. **827**, 154305 (2020).
27. S. Mondol, S. K. Makineni, S. Kumar, K. Chattopadhyay. *Metall. Mater. Trans. A*. **49A**, 3047-3057 (2018).
28. O. Engler, C. D. Marioara, Y. Aruga, M. Kozuka, O. R. Myhr. *Materials Science and Engineering: A*. **759**, 520-529 (2019).
29. J. F. Nie, B. C. Muddle. *J Phase Equilib*. **19**, 543-551 (1998).
30. S. Roy, L. F. Allard, A. Rodriguez, W. D. Porter, A. Shyam. *Metall. Mater. Trans. A*. **48A**, 2543-2562 (2017).
31. S. Mondol, S. K. Makineni, S. Kumar, K. Chattopadhyay. *Metallurgical and Materials Transactions A*. **49**, 3047-3057 (2018).

32. A. W. Zhu, A. Csontos, E. A. Starke Jr. *Acta materialia*. **47**, 1713-1721 (1999).
33. D. Mitlin, J. Morris, V. Radmilovic. *Metallurgical and Materials Transactions A* **31**, 2697-2711 (2000).
34. T. Dorin, M. Ramajayam, J. Lamb, T. Langan. *Materials Science and Engineering: A*. **707**, 58-64 (2017).
35. Y. H. Gao, C. Yang, J. Y. Zhang, L. F. Cao, G. Liu, J. Sun *et al.* *Materials Research Letters*. **7**, 18-25 (2018).
36. C. Wolverton. *Acta Materialia*. **55**, 5867-5872 (2007).
37. D. Shin, A. Shyam, S. Lee, Y. Yamamoto, J. A. Haynes. *Acta Materialia*. **141**, 327-340 (2017).
38. K. E. Knipling. Development of a nanoscale precipitation-strengthened creep-resistant aluminum alloy containing trialuminide precipitates. DOCTOR OF PHILOSOPHY PhDT, Northwestern University, 2006.
39. B. A. Chen, G. Liu, R. H. Wang, J. Y. Zhang, L. Jiang, J. J. Song *et al.* *Acta Materialia*. **61**, 1676-1690 (2013).
40. B. Rouxel, M. Ramajayam, T. J. Langan, J. Lamb, P. G. Sanders, T. Dorin. *Materialia*. **9** (2020).

CHAPITRE 6 CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS POUR LES TRAVAUX FUTURS

6.1 Conclusions

Les éléments de transition V, Zr et Mo en alliages de type 356 améliorent les propriétés mécaniques à haute température mais ont un effet de renforcement relativement faible. Mo a une efficacité plus élevée avec le renforcement des dispersoïdes par rapport à l'addition de Zr et V. Certaines raisons peuvent être énumérées ci-dessous:

- 1) La teneur élevée en Si des alliages 356 peut entraîner une formation plus facile de phases intermétalliques pro-eutectiques contenant des éléments de transition, résultant en une sursaturation réduite des éléments de transition dans une solution solide d'Al;
- 2) La production de dispersoïde ordonné $L1_2$ cohérent est strictement supprimée pendant le traitement en solution, et les dispersoïdes à l'équilibre formés ont généralement une grande taille et une faible densité en nombre;
- 3) Les alliages 356 ont une cinétique de grossissement rapide des phases de durcissement par vieillissement même avec modification des éléments de transition à diffusion lente.

Les éléments de transition V, Zr et Sc dans les alliages de type 224 ont une efficacité de renforcement beaucoup plus élevée par rapport aux alliages de type 356, en raison des faits:

- 1) la solubilité des éléments de transition dans les solutions solides Al-Cu est généralement plus élevée;

- 2) la nucléation homogène des dispersoïdes ordonnés $L1_2$ peut se produire à la fois pendant le traitement en solution et la stabilisation thermique;
- 3) la présence d'une densité raisonnablement élevée de précipités θ' peut être bénéfique avec une résistance au grossissement plus élevée des éléments de transition pendant l'exposition thermique grâce à la ségrégation des solutés à l'interface précipité / matrice, à un effet de liaison soluté-vide élevé et à une interaction avec de fins dispersoïdes cohérents.

En conséquence, les alliages de type 224 sont plus favorisés pour les applications à haute température en raison de leurs résistances et stabilités thermiques généralement plus élevées par rapport aux alliages de type 356. On s'attend à ce que ce soit la prochaine génération d'alliage d'aluminium pour les pièces de moteur d'automobile recherchant une efficacité énergétique plus élevée.

6.2 Recommandation pour les travaux futurs

Le système d'alliage 224 est spécial car il contient divers éléments qui pourraient former différentes phases de renforcement, tels que les précipités de durcissement par âge θ' et S' , ainsi que les dispersoïdes induits par Mn, (V), Zr, Sc, etc., en fonction de la compositions spécifiques. En conséquence, sa microstructure et ses propriétés mécaniques peuvent changer de façon proéminente en fonction de différentes routines de solidification et de traitement thermique.

- 1) Différents avec le système ternaire Al-Cu-Zr, les dispersoïdes produits à 400 / 450 °C dans le Zr contenant 224 alliages sont principalement des dispersoïdes α -Al (Fe, Mn) Si au lieu d' Al_3Zr . Mais, après traitement en solution à 523 °C, les dispersoïdes Al (Fe, Mn) Si peuvent difficilement être trouvés, et Al_3Zr est le dispersoïde principal. On pense que la plupart de l'élément Mn est en solution solide d'Al dans les travaux actuels.

Cependant, on pense que les procédures de traitement en solution en deux étapes telles que 400 °C / 16h + 523 / 1h pour 224 alliages produisent plus de dispersoïdes par rapport à la présente étude, ce qui pourrait conduire à des propriétés améliorées, en particulier pour la propriété de fluage.

- 2) Pour optimiser l'efficacité de l'élément péritectique Sc dans le système Al-Cu, les phases W-AlScCu doivent être évitées. On pense que l'augmentation de la vitesse de solidification et la limitation du temps de traitement en solution au-dessus de 500 °C empêchent la formation de phases W.
- 3) Les éléments de transition peuvent renforcer l'alliage non seulement par des dispersoïdes, mais également par une solution solide lorsqu'ils sont dissous dans une matrice en Al. Les éléments de transition restent en solution solide peuvent influencer la procédure de diffusion du Cu et ont tendance à se séparer à l'interface θ' / matrice, ce qui améliore la stabilité thermique des précipités, qui se sont avérés avoir une contribution de résistance plus élevée par rapport aux dispersoïdes dans la présente étude. Il sera intéressant de comparer les 2 cas extrêmes: dominé par les dispersoïdes et dominé par les précipitations. Pour une exécution juste, un moule permanent refroidissant l'eau est recommandé pour éviter autant que possible le gaspillage d'éléments solutés dans les formations intermétalliques. De cette manière, les éléments de soluté comprenant Cu et d'autres éléments seront bien sursaturés en solution solide juste après la solidification, et le traitement traditionnel en solution peut être évité. Un groupe consiste à produire les dispersoïdes dans les conditions optimales par traitement thermique à ~ 400 °C, suivi d'une stabilisation. L'autre groupe est conçu pour éviter toute formation de dispersoïde, il sera donc directement vieilli et stabilisé. La comparaison de la résistance à haute température après différentes durées de stabilisation entre les 2 groupes sera instructive pour la conception d'alliages coulés Al-Cu à haute température.

- 4) La conception des propriétés de résistance ou de fluage a souligné que les alliages d'aluminium ont un accent différent sur les microstructures. La résistance à haute température préfère une petite discordance de réseau pour une faible vitesse de grossissement des précipitations et une petite taille de grain. Cependant, la propriété de fluage préfère le grand décalage de réseau ($\bar{\delta}_{\alpha-\text{Al}(\text{Fe},\text{Mn})\text{Si}} > \delta_{\text{Al}_3\text{Sc}} > \delta_{\text{Al}_3\text{Zr}} > \delta_{\text{Al}_3(\text{Zr},\text{Ti})}$) et le gros grain Taille.
- 5) On observe que les 224 alliages avec le raffineur de grains Al-5Ti-B possèdent des granulométries plus grandes après l'addition d'éléments de transition dans les travaux actuels. Étant donné que les mécanismes ne sont toujours pas clairs, il est significatif d'essayer de comparer avec d'autres raffineurs de grains comme Al-Ti ou Al-Ti-C pour révéler si les effets de poison sont liés aux phases TiB_2 .